



SKRIPSI

ANALISIS BESI MELALU OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN PEREDUKSI $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ DAN $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ UNTUK MEREDUKSI BESI (III) MENJADI BESI (II)

**DEWI RATNAWATI
NRP.01211440000009**

**Dosen Pembimbing
Drs. R. Djarot Sugiarto K.S.,M.S.
Yatim Lailun Ni'mah, M.Si.,Ph.D.**

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS ILMU ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018**



SCRIPT

IRON ANALYSIS BY OPTIMIZING THE ABILITY OF REDUCING AGENT $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ AND $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ TO REDUCE IRON (III) BECOME IRON (II)

**DEWI RATNAWATI
NRP. 01211440000009**

**Advisor lecturer
Drs. R. Djarot Sugiarso K.S.,M.S.
Yatim Lailun Ni'mah, M.Si.,Ph.D.**

**CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018**

**ANALISIS BESI MELALUI OPTIMASI KEMAMPUAN
AGEN PEREDUKSI $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ DAN $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$
UNTUK MEREDUKSI BESI (III) MENJADI BESI (II)**

SKRIPSI

Disusun Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar
Sarjana Program Studi S-1
Departemen Kimia,
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Disusun Oleh :

DEWI RATNAWATI
NRP 01211440000009

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS ILMU ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018**

LEMBAR PENGESAHAN

**ANALISIS BESI MELALUI OPTIMASI KEMAMPUAN
AGEN PEREDUKSI $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ DAN $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$
UNTUK MEREDUKSI BESI (III) MENJADI BESI (II)**

SKRIPSI

Oleh :

DEWI RATNAWATI

NRP. 01211440000009

Surabaya, 16 Juli 2018

Menyetujui,

Dosen Pembimbing I



Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., M.S.

NIP. 19650419 199803 1 001

Dosen Pembimbing II



Yatim Lailun Ni'mah, M.Si., Ph.D.

NIP. 19840524 200812 2 006

Mengetahui,

Kepala Departemen Kimia



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.

NIP. 19710616 199703 1 002

*Bismillahirrahmanirrahim untuk Ayah ,Ibu
,Mas, Adek yang saya sayangi dengan ini saya
persembahkan sebuah karya yang mungkin
masih belum mampu membalas atas segala
perjuangan yang telah beliau-beiau lakukan
demi saya, untuk itu saya memohon doa restu
kepada Ayah dan Ibu saya semoga apa yang
telah saya tulis ini menjadi suatu keberkahan*

ANALISIS BESI MELALUI OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN PEREDUKSI $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ DAN $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ UNTUK MEREDUKSI BESI (III) MENJADI BESI (II)

Nama Mahasiswa : Dewi Ratnawati
NRP : 01211440000009
Departemen : Kimia FIA-ITS
Pembimbing : Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., M.S.
Yatim Lailun Ni'mah, M.Si., Ph.D.

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui aktivitas optimum pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ dan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ yang meliputi pH, waktu dan konsentrasi. Panjang gelombang maksimum untuk masing-masing pereduksi diperoleh sebesar 510 nm. Optimasi pH buffer kondisi asam untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ diperoleh pada pH 4,5. Sedangkan optimasi pH buffer kondisi asam untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ diperoleh pada pH 5. Selanjutnya optimasi waktu pendiaman untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ diperoleh pada waktu 15 menit dan optimasi waktu pendiaman untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ diperoleh pada waktu 45 menit. Konsentrasi optimum untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ diperoleh sebesar 11 ppm dan 8 ppm. Konsentrasi optimum untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ diperoleh sebesar 12 ppm. Selanjutnya persen *Perolehan Kembali* pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$, dan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ masing-masing sebesar 87,68%, 116,007 % dan 85,97 %.

Kata Kunci : *Fe(II)-fenantrolin, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 1,10-fenantrolin, Spektrofotometer UV-Vis*

IRON ANALYSIS BY OPTIMIZING THE ABILITY OF REDUCING AGENT $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ AND $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ TO REDUCE IRON (III) BECOME IRON (II)

Student's Name : Dewi Ratnawati
NRP : 01211440000009
Department : Kimia FIA-ITS
Supervisor : Drs. R. Djarot Sugiarso K.S.,M.S.
Yatim Lailun Ni'mah,M.Si.,Ph.D.

Abstrack

This research aims to determine the optimum process of reducing agent $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ which includes pH, time and concentration. The maximum wavelength for each reducing agent was obtained at 510 nm. The optimum pH of acetate buffer for $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ were at pH 4,5. While the optimum pH of acetate buffer for $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ was at pH 5. Furthermore, the optimum time for $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ were at 15 minute and optimum time for $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ was at 45 minute. The optimum concentration for $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ were at 11 and 8 ppm. The optimum concentration for $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ was at 12 ppm. Furthermore, percent recovery of $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$, and $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ were 87,69%,116,007 % and 85,97 % respectively.

Key Word : *Fe(II)-phenanthroline, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 1,10-phenanthrolin, Spectrophotometer UV-Vis*

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirabbil'alamin ,puji syukur kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan Tugas Akhir yang berjudul **“ANALISA BESI MELALUI OPTIMASI KEMAMPUAN AGEN PEREDUKS $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ DAN $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ UNTUK MEREDUKSI BESI (III) MENJADI BESI (II)”**

Pada kesempatan ini, penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Allah SWT yang telah menunjukkan jalan-Nya yang benar dan Rasulullah SAW sebagai tauladan dalam menjalani hidup di dunia fana ini.
2. Bapak Drs. R. Djarot Sugiarso K.S.,M.S selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan pengarahannya dan bimbingan selama penyusunan tugas akhir ini.
3. Ibu Yatim Lailun Ni'mah ,M.Si.,Ph.D selaku dosen pembimbing II yang telah membimbing dalam penyusunan tugas akhir.
4. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si.,M.Sc. selaku Kepala Departemen Kimia yang telah memberikan fasilitas selama penyusunan skripsi ini.
5. Ayah,Ibu,Mas, Adik yang selalu memberi dukungan dan doa.
6. Arum, Nela, Clara ,Mita yang telah mendukung dan memberikan semangat dalam keadaan apapun.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa tugas akhir ini tidak lepas dari kekurangan, oleh karena itu penulis terbuka terhadap kritik dan saran yang membangun. Semoga tugas akhir ini memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
ABSTRAK	vi
ABSTRACK	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Permasalahan	4
1.3 Tujuan	5
1.4 Manfaat	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Tinjauan Umum Besi	7
2.2 Hidroksilamin Hidroklorida.....	8
2.3 Natrium Tiosulfat.....	9
2.4 Natrium Oksalat	10
2.5 Orto Fenantrolin	11
2.6 Senyawa Kompleks.....	13
2.7 Senyawa Kompleks Fe(II)-Orto Fenantrolin	14
2.8 Larutan Buffer.....	16
2.9 Spektrofotometri UV-Vis.....	17
2.10 Validasi metode analisis.....	20
2.10.1 Linearitas	20
2.10.2 Akurasi.....	21
2.10.3 Presisi.....	22
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	25
3.1 Alat dan Bahan.....	25

3.1.1 Alat.....	25
3.1.2 Bahan	25
3.2 Prosedur Penelitian.....	25
3.2.1 Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm	25
3.2.2 Pembuatan Larutan Standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm... 26	
3.2.3 Pembuatan Larutan Standar $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm.....	26
3.2.4 Pembuatan Larutan Standar $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 500 ppm ... 26	
3.2.5 Pembuatan Larutan Standar 1,10 Fenantrolin 1000 ppm.....	27
3.2.6 Pembuatan Larutan Buffer Asetat.....	27
3.2.7 Pembuatan Larutan Blanko Panjang Gelombang Maksimum	27
3.2.8 Pembuatan Kurva Kalibrasi	28
3.2.9 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	28
3.2.10 Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat. 29	
3.2.11 Penentuan Waktu Optimum Pereduksi	29
3.2.11 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi	30
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	31
4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin.....	31
4.2 Penentuan pH Optimum Buffer Asetat	35
4.3 Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$	42
4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi	49
4.5 Pembuatan Kurva Kalibrasi Kompleks Fe(II)-Fenantrolin	54
BAB V KESIMPULAN	65
DAFTAR PUSTAKA	67

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Logam Besi	8
Gambar 2. 2 Hidroksilamin Hidroklorida	9
Gambar 2. 3 Natrium Tiosulfat	10
Gambar 2. 4 Natrium Oksalat	11
Gambar 2. 5 1,10-Fenantrolin	12
Gambar 2.6 Hibridisasi Pembentukan Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin	15
Gambar 2.7 Struktur Kimia Senyawa Kompleks Fe(II)- Fenantrolin.....	16
Gambar 2. 8 Prinsip Kerja Spektrofotometri UV-Vis.....	20
Gambar 4. 1 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	32
Gambar 4. 2 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$	33
Gambar 4. 3 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	34
Gambar 4. 4 Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	36
Gambar 4. 5 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ Pada Kondisi Asam.....	37
Gambar 4. 6 Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida.....	38
Gambar 4. 7 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida Pada Kondisi Asam.....	39

Gambar 4. 8 Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	40
Gambar 4. 9 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ Pada Kondisi Asam41	
Gambar 4.10 Kurva Waktu Optimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$...	43
Gambar 4.11 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	43
Gambar 4.12 Kurva Waktu Optimum Kompleks $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ 45	
Gambar 4. 13 Perubahan Warna Kompleks $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$	45
Gambar 4.14 Kurva Waktu Optimum Kompleks $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	47
Gambar 4. 15 Perubahan Warna Kompleks $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	48
Gambar4.16 Kurva Konsentrasi Optimum Kompleks $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	49
Gambar4.17 Perubahan Warna Kompleks Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$...	50
Gambar4.18 Kurva Konsentrasi Optimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$	51
Gambar4.19 Perubahan Warna Kompleks Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$	52
Gambar4.20 Kurva Konsentrasi Optimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$...	53
Gambar4. 21 Perubahan Warna $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	54

Gambar 4. 22	Kurva Kalibrasi Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	56
Gambar 4. 23	Kurva Kalibrasi Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida	58
Gambar 4. 24	Kurva Kalibrasi Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	60

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Panjang gelombang dan warna komplementer	18
Tabel 2. 2 Panjang gelombang untuk setiap jenis warna	19
Tabel 4. 1 Data Nilai Absorbansi dari Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	55
Tabel 4. 2 Data Nilai Absorbansi dari Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida	57
Tabel 4. 3 Data Nilai Absorbansi dari Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	59
Tabel 4. 4 Data Persen <i>Perolehan Kembali</i> Kurva Kalibrasi dari Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	62
Tabel 4. 5 Data Persen <i>Perolehan Kembali</i> Kurva Kalibrasi dari Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$	62
Tabel 4. 6 Data Persen <i>Perolehan Kembali</i> Kurva Kalibrasi dari Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	63

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A LANGKAH PENELITIAN	75
Lampiran B SKEMA KERJA	76
B. 1 Pembuatan Larutan Standar Fe^{3+} 100 ppm.....	76
B. 2 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm.....	76
B. 3 Pembuatan Larutan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCL}$ 100 ppm.....	77
B. 4 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 500 ppm	77
B. 5 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm.....	78
B. 6 Pembuatan Larutan Buffer Asetat	79
B. 7 Penentuan panjang Gelombang Maksimum.....	80
B. 8 Penentuan pH Optimum.....	81
B. 9 Penentuan waktu optimum.....	84
B. 10 Penentuan Konsentrasi Optimum.....	85
B. 11 Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(II) -Fenantrolin	90
Lampiran C PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN	90
C. 1 Pembuatan Larutan Fe^{3+} 100 ppm.....	92
C. 2 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm	93
C. 3 Pembuatan Larutan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm.....	94
C. 4 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 500 ppm	95
C. 5 Pembuatan larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm	96
C. 6 Pembuatan larutan Buffer Asetat pH 4,5	97
Lampiran D DATA ABSORBANSI PEMBUATAN PANJANG GELOMBANG MAKSIMUM.....	99
D. 1 Penentusn Panjang Gelombang Maksimum Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).....	99
D. 2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(II) - Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida	107

D. 3 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)	115
LAMPIRAN E DATA STATISTIKA	123
E. 2 Penentuan pH Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) ...	124
E. 3 Penentuan pH Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)	124
E. 4 Penentuan Waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)	125
E. 5 Penentuan Waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida	126
E. 6 Penentuan waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)	127
E. 7 Penentuan Waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)	128
E. 8 Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida	129
E. 9 Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)	130
LAMPIRAN F DATA KURVA KALIBRASI	131
F. 1 Perbandingan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi	131
F.1. 1 Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Tiosulfat...	131
F.1. 2 Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida.....	132
F.1. 3 Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Oksalat.....	133
F. 2 Perhitungan Uji-t terhadap kurva kalibrasi	134

F.2. 1 Perhitungan Uji-t terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)	134
F.2. 2 Perhitungan Uji-t terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida	135
F.2. 3 Perhitungan Uji-t terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Oksalat	136
F. 3 Perhitungan Persen <i>Perolehan Kembali</i>	136
F.3. 1 Perhitungan persen <i>Perolehan Kembali</i> terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat.....	137
F.3. 2 Perhitungan persen <i>Perolehan Kembali</i> terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida.....	137
F.3. 3 Perhitungan persen <i>Perolehan Kembali</i> terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Oksalat	138
LAMPIRAN G TABEL NILAI KRITIK SEBARAN T	140

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Besi merupakan salah satu logam yang berasal dari bijih besi yang paling banyak digunakan untuk kehidupan manusia sehari-hari. Selain itu besi juga merupakan unsur dengan kelimpahan paling banyak pada kulit bumi setelah aluminium. Besi yang ditemukan di permukaan bumi dalam bentuk divalent dan trivalent. Pada umumnya besi yang ada di dalam air dapat bersifat terlarut sebagai Fe^{2+} atau Fe^{3+} , sehingga besi yang terlarut dalam air tersebut dapat berbentuk kation ferro (Fe^{2+}) atau kation ferri (Fe^{3+}). Namun pada umumnya besi lebih cenderung untuk membentuk senyawa dalam bentuk Fe^{3+} dibandingkan dengan bentuk Fe^{2+} . Hal ini dikarenakan bentuk Fe^{3+} mampu membentuk kompleks yang stabil dengan senyawa tertentu dalam bentuk ferri (Andreana, 2013).

Kelimpahan besi yang cukup besar di permukaan bumi, mengakibatkan besi mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan dan mudah untuk dimodifikasi. Hal ini dikarenakan besi banyak dimanfaatkan dalam bidang industri dan memiliki peranan besar. Salah satu diantaranya yakni beberapa bentuk oksida besi yang digunakan sebagai senyawa penggosok, pigmen pada cat, pelapis untuk pita magnetik, dan tinta magnetik (Wang, 2015). Namun, besi memiliki sifat korosif sehingga perlu dilakukan pencampuran dengan materi dalam bentuk paduan. Paduan dari besi yang biasanya dikenal adalah baja (*steel*). Baja merupakan paduan dari besi dan karbon atau sedikit logam lain. Sifat baja tergantung dari cara peleburannya dan presentase kandungan karbon dan logam lainnya.

Kelimpahan besi yang cukup besar di bumi, perlu dilakukan suatu analisa penentuan besi. Hal ini digunakan untuk mengetahui seberapa banyak besi yang tersedia di bumi. Beberapa teknik analisa penentuan besi yang digunakan dan telah dilakukan pada penelitian sebelumnya diantaranya, spektrofotometri serapan atom (AAS) (Pehlivan & Kara, 2007), kromatografi (Roncovic & Steffan, 2004), spektrometri masa induksi plasma (ICP-MS) (Grotti, et al., 2009), induksi plasma spektrometri optik emisi (ICP-OES) (Xiong, et al., 2006), spektroskopi sensor (Abbaspour, et al., 2006), Anodic or Cathodic stripping, voltametry (Mikkelsen, et al., 2006) dan Spektrometri UV-VIS. Menurut (Itodo, et al., 2012) mengatakan bahwa metode kolometri cukup terjangkau namun kelemahannya yakni kurang sensitif dibandingkan dengan menggunakan spektrofotometri UV-VIS. Spektrofotometer UV-Vis memiliki keunggulan yakni dapat mengukur besi dalam bentuk ion baik ion Fe^{3+} maupun Fe^{2+} .

Analisa dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis, larutan yang akan diuji harus berwarna hal ini bertujuan agar saat melakukan analisa suatu larutan dapat terbaca dalam spektrofotometri UV-Vis. Menurut (Novita Sari, 2015) mengatakan bahwa untuk membentuk suatu warna yang spesifik maka perlu dilakukan pengompleksan besi terlebih dahulu dengan menggunakan reagen pengompleks besi. Beberapa macam reagen yang dapat mengomplekskan besi antara lain ortofenantroline, asam tiosianat, molybdenum, bathophenanthroline, asam thioglithik dan ferrozine. Metode dengan menggunakan reagen 1,10-fenanthroline paling banyak digunakan untuk menentukan Fe^{3+} dan Fe^{2+} (Alas & Amin, 2008). Reagen 1,10 fenanthroline bersifat selektif, langsung dan tidak memerlukan ekstraksi terhadap sampel (Malik, 2000). Reagen 1,10-Fenanthrolin yang dapat mengomplekskan besi tidak menggunakan zat pengadsorpsi dan

tidak membutuhkan waktu yang lama. Menurut penelitian yang dilakukan (Ningsih & H.L. Musa R, 2013) mengatakan bahwa waktu kestabilan pengompleks 1,10-fenantrolin sekitar 2 bulan lamanya. Pada penelitian ini menggunakan pengompleks 1,10-Fenantrolin karena pengompleksan besi dengan menggunakan reagen tersebut akan membentuk kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang berwarna merah jingga dan stabil, sehingga tidak merubah nilai absorbansi dalam waktu tertentu.

Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berada dalam kisaran pH 2-9 dengan menggunakan konsentrasi reagen yang sesuai (Lazic, et al., 2010) dan warna kompleks merah jingga berada pada rentang panjang gelombang 480 nm-560 nm (Sisca Dianawati, 2013). Sebelum dilakukan pengompleksan dengan 1,10- Fenantroline, logam Fe^{3+} direduksi menjadi Fe^{2+} karena kompleks Fe^{2+} dengan 1,10 Fenantrolin lebih stabil (Wang, 2015). Untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} diperlukan agen pereduksi. Menurut ASTM, agen pereduksi yang biasa digunakan adalah hidoksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$). Pereduksi natrium hidoksilamin ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$) merupakan pereduksi yang kuat dan keberadaannya mudah didapat. Namun pereduksi ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$) memerlukan perlakuan khusus yakni setelah dibuat maka harus langsung digunakan saat itu juga, sehingga dibutuhkan alternatif pereduksi besi dengan kemampuan yang lebih baik (Rahayu, et al., 2007).

Selain menggunakan pereduksi hidoksilamin hidroklorida (Puspaningtyas, 2004) melakukan sebuah penelitian dengan menggunakan pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) pada kondisi pH 4,5. Natrium tiosulfat dengan konsentrasi 11 ppm mampu mereduksi larutan Fe^{3+} dengan konsentrasi 5 ppm serta prosen perolehan kembali sebesar 99,243 %. Selain itu (Fisiana, 2012) juga melakukan sebuah penelitian mengenai penggunaan pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan timah (II) klorida (SnCl_2) untuk

mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa SnCl_2 lebih baik dalam mereduksi besi yakni sebesar 78,45% sedangkan Natrium tiosulfat mereduksi besi diperoleh hasil sebesar 78,23%. Namun hal tersebut tidak terlalu jauh berbeda karena kemampuan kuat dalam mereduksi besi.

(Hapsoro, 2011) melakukan penelitian dengan membandingkan kemampuan optimasi dari natrium tiosulfat dengan kalium oksalat, hal ini dikarenakan kalium oksalat juga merupakan agen reduksi yang dapat mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Dari penelitian yang dilakukan bahwa besi yang tereduksi dengan menggunakan pereduksi kalium oksalat sebesar 72,77% sedangkan besi yang tereduksi dengan menggunakan natrium tiosulfat sebesar 77,95 %. Sehingga dari hasil tersebut diketahui bahwa natrium tiosulfat baik digunakan sebagai agen pereduksi daripada kalium oksalat. Oleh karena itu pada penelitian ini selain menggunakan pereduksi natrium tiosulfat dan hidroksilamin hidrokloroda, memilih pereduksi natrium oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$). Hal ini dikarenakan natrium oksalat merupakan salah satu agen pereduksi dan reagen dengan kemurnian tinggi sehingga sering digunakan sebagai bahan referensi untuk standarisasi kalium permanganate (I.M & R, 1957).

Pereduksi natrium oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) belum pernah ditentukan optimasi kemampuan agen pereduksi berdasarkan pH, waktu optimum dan konsentrasi, sehingga pada penelitian ini akan membahas perbandingan analisa besi dengan optimasi kemampuan agen pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$) dan natrium oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$).

1.2 Permasalahan

Permasalahan yang diangkat dalam penelitian ini yakni untuk mengetahui bagaimana kemampuan pereduksi antara natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), hidroksilamin hidroklorida

($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$) dan natrium oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) dalam mereduksi besi (III) menjadi besi (II).

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan pereduksi yang paling optimum dengan cara mengetahui perbandingan optimasi kemampuan pereduksi antara natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$) dan natrium oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) yang meliputi pH, waktu, dan konsentrasi pada analisa kadar total besi menggunakan spektrofotometri UV-VIS.

1.4 Manfaat

Manfaat dari penelitian ini yakni untuk mengetahui aktivitas pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), natrium hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$), dan natrium oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) pada analisa kadar total besi dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis agar mendapatkan pereduksi yang baik pada penelitian yang berhubungan dengan penentuan kadar total besi.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Umum Besi

Besi yang murni merupakan suatu logam yang berwarna putih-perak dan melebur pada suhu 1535°C , dan titik didihnya $\pm 3000^{\circ}\text{C}$, kelompok golongan VIII B dengan nomor atom 26 dan massa sebesar 55,847 gram/mol. Namun jarang terdapat besi komersial yang murni, biasanya besi tersebut mengandung sejumlah kecil karbida, silisida, fosfida dan sulfida dari besi dan grafit. Sehingga zat-zat pencemar tersebut memainkan peranan penting dalam membentuk kekuatan dari struktur besi (Vogel, 1990). Selain itu besi juga merupakan komponen kerak, dimana presentase keberadaannya sekitar 5 % di alam dan besi tidak ditemukan dalam bentuk murni namun dalam bentuk senyawa dengan unsur lain, seperti hematit (Fe_2O_3), magnetit (Fe_3O_4), dan pyrit (FeS_2) (Partington, 1975).

Pada umumnya besi yang ada didalam air dapat bersifat terlarut sebagai Fe^{2+} (fero) atau Fe^{3+} (ferri) yang tersuspensi sebagai butir koloidal (diameter $< 1\mu\text{m}$) atau lebih besar seperti Fe_2O_3 , FeO , $\text{Fe}(\text{OH})_2$. Besi lebih reaktif daripada logam golongan VIII B lainnya dan dibuktikan bahwa besi dapat bereaksi dengan asam non oksidator maupun asam oksidator. Tingkat oksidasi besi yang paling umum yakni +2 dan +3. Namun tingkat oksidasi tertinggi untuk besi adalah +6 dalam bentuk $[\text{FeO}_4]^{2-}$, kelemahan dari Fe^{6+} ini sangat mudah mengalami reduksi (Sugiyarto & Retno, 2010). Dalam system biologis, besi memiliki peranan yang penting bagi kehidupan manusia. Salah satu diantaranya yakni kekurangan zat besi akan menyebabkan anemia. Namun disisi lain, apabila kelebihan zat besi juga akan berdampak pada beberapa masalah

kesehatan diantaranya yakni risiko kanker, penyakit jantung dan penyakit lainnya (Latif Elci, 2008).

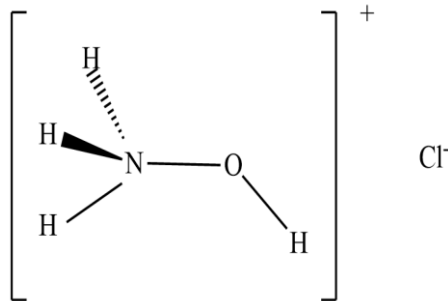


Gambar 2. 1 Logam Besi

Pada temperatur tinggi ($>910\text{ }^{\circ}\text{C}$) sifat besi yang sangat unik akan membentuk struktur *fcc* (γ -besi) sedangkan pada temperature sekitar $1390\text{ }^{\circ}\text{C}$ berubah kembali menjadi *bcc* (δ -besi). Selain itu besi murni cukup reaktif. Dalam udara lembab ,besi dapat cepat teroksidasi memberikan besi (III) oksida hidrat (karat) yang tidak mampu melindungi, hal ini karena zat ini hancur dan membiarkan permukaan logam yang baru. Besi yang sangat halus bersifat pirofot (Cotton & Wilkinson, 1989).

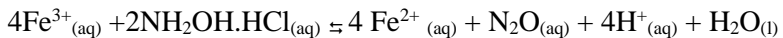
2.2 Hidroksilamin Hidroklorida

Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) merupakan bahan kristalin berwarna putih dengan berat molekul sebesar 69,49 g/mol, titik leleh sebesar $151\text{ }^{\circ}\text{C}$. Gambar 2.2 menunjukkan struktrur kimia dari senyawa hidroksilamin hidroklorida. Hidroksilamin hidroklorida dapat larut dalam gliserol dan propilen glikol.



Gambar 2. 2 Hidroksilamin Hidroklorida

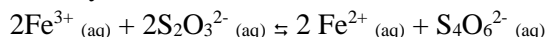
Menurut Rahayu (2007) yakni harus diberi perlakuan khusus dengan penggunaannya harus dalam keadaan segar dan dipanaskan sebelum dikomplekskan. Reaksi reduksi yang terjadi antara besi (III) dengan hidroksilamin hidroklorida yaitu :



Hidroksilamin hidroklorida juga merupakan bahan awal untuk antioksidan, obat-obatan dan bahan kimia pertanian, manufaktur, serta industri karet dan plastik. Selain itu juga sebagai antioksidan asam lemak dan sabun, stabilizer warna dan emulsi aditif dalam film warna (Rahayu , et al., 2007).

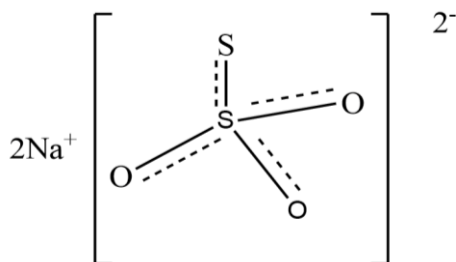
2.3 Natrium Tiosulfat

Natrium tiosulfat merupakan suatu padatan dengan berat molekul sebesar 248,19 g/mol, titik didih dalam keadaan pentahidrat yaitu >100 °C dan titik leleh dalam keadaan pentahidrat yaitu 48 °C. Reaksi reduksi yang terjadi antara besi (III) dengan natrium tiosulfat yakni :



Pembuatan larutan baku dari natrium tiosulfat perlu distandarisasi terhadap suatu standar primer sebelum digunakan. Hal ini dikarenakan natrium tiosulfat mudah terpengaruh oleh pH

rendah, sinar matahari dan adanya bakteri yang memanfaatkan sulfur. Pada pH rendah, tiosulfat akan mengalami perubahan menjadi asam sulfit, namun kesalahan terhadap pH sangat kecil sehingga tidak mengubah tiosulfat menjadi asam sulfit hal ini dikarenakan reaksi pembentukannya sangat lambat. pH optimum larutan ini adalah 9-10, sedangkan adanya bakteri yang memakan belerang akhirnya masuk ke dalam larutan itu dan proses metabolisme akan mengakibatkan pembentukan SO_3^{2-} , SO_4^{2-} dan belerang koloidal. Belerang ini akan menyebabkan kekeruhan dan bila timbul kekeruhan larutan harus dibuang. Akibat pengaruh tersebut, larutan natrium tiosulfat ini tidak stabil dalam waktu lam (Sugiarso, et al., 1999). Menurut (Day & A.L, 1998) cara lain agar mencegah kerusakan karena bakteri adalah air yang digunakan untuk menyiapkan larutan tiosulfat dididihkan agar steril, dan sering ditambahkan boraks atau natrium karbonat. Gambar 2.3 menunjukkan struktur kimia dari senyawa natrium tiosulfat.



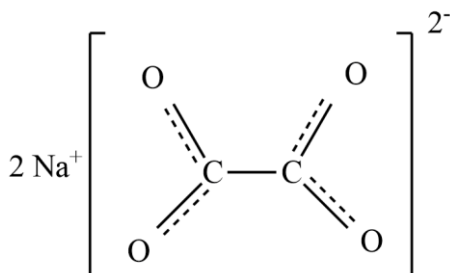
Gambar 2. 3 Natrium Tiosulfat

2.4 Natrium Oksalat

Natrium Oksalat merupakan suatu padatan yang berwarna putih dan memiliki berat molekul sebesar 134 gram/mol. Memiliki titik leleh sebesar 260 °C serta larut dalam air panas atau sebagian

larut dalam air dingin. Natrium oksalat merupakan salah satu agen reduksi dan reagen dengan kemurnian tinggi sehingga sering digunakan sebagai bahan referensi untuk standarisasi kalium permanganate (I.M & R, 1957)

Pengujian natrium oksalat sebagai reagen yang dibutuhkan dengan spesifikasi ACS yakni dengan titrasi kalium permanganate (American Chemical Society, 2000). Beberapa penelitian tentang penentuan natrium oksalat dapat dilihat pada system internasional yang telah diterbitkan. Menurut Tanaka, dkk mengatakan mengenai penentuan kolometri natrium oksalat dengan timbal (II) (T, et al., 1993). Penentuan tersebut didasarkan pada reaksi presipitasi, namun sebagian besar aplikasi natrium oksalat adalah untuk titrasi reduktometri. Selain itu, natrium oksalat memiliki efek bagi tubuh manusia, efek dari natrium oksalat yang terjadi pada tubuh manusia telah banyak dilaporkan. Toksisitas dari natrium oksalat yang dikonsumsi menyebabkan gagal ginjal akut (Hamilton, et al., 1999). Gambar 2.4 menunjukkan struktur kimia dari senyawa natrium oksalat.

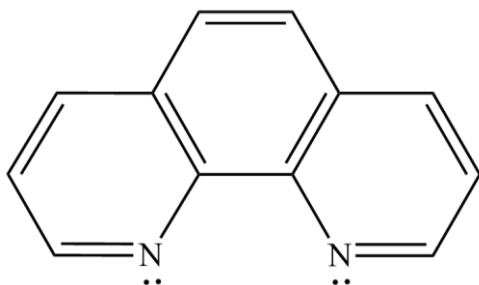


Gambar 2. 4 Natrium Oksalat

2.5 Orto Fenantrolin

1.10-Fenantrolin (orto-fenantrolin) mempunyai bentuk berupa serbuk berwarna putih, yang sering dijumpai dalam bentuk

monohidratnya. Dalam keadaan monohidrat mempunyai berat molekul sebesar 198,22 g/mol dan titik leleh 93,5 °C. Senyawa fenantrolin merupakan ligan bidentat yang memainkan peran dalam pengembangan koordinasi kimia dan menjadi bahan awal yang serbaguna untuk organik, anorganik maupun supramolekul kimia. Orto fenantrolin merupakan senyawa kimia yang merupakan pengkhelat organik yang dapat membentuk senyawa kompleks stabil dan berwarna dengan kation besi. Ligan orto fenantrolin termasuk dalam ligan feroin. Ligan tersebut dapat membentuk warna senyawa kompleks dengan intensitas warna yang kuat dengan besi (II), sehingga kompleks yang terbentuk akan stabil (Moliner, et al., 2001). Gambar 2.5 menunjukkan struktur kimia dari senyawa 1,10-fenantrolin.



Gambar 2. 5 Senyawa 1,10-Fenantrolin

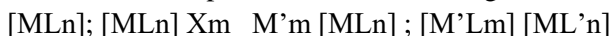
Senyawa orto fenantrolin mampu membentuk kompleks yang kuat dengan Fe(II) dengan ∞ visible dan relatif lebih murah sehingga digunakan sebagai reagen yang tepat untuk penentuan besi. Orto fenantrolin tergolong dalam salah satu ligan medan yang kuat yang memiliki N aromatic dengan π^* kosong. Sehingga mengakibatkan elektron mengalami delokalisasi yang menyebabkan kompleks ligan menjadi stabil terutama dengan logam yang memiliki bilangan oksidasi rendah seperti Fe^{2+} .

Pembentukan kompleks besi dengan 1,10 fenantrolin akan menghasilkan warna merah jingga yang disebabkan oleh kation kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dalam larutan yang sedikit asam. Penggunaan 1,10 fenantrolin telah banyak digunakan dengan memanfaatkan ion besi (II) sebagai atom pusat hal ini dikarenakan 1,10 fenantrolin memiliki pasangan elektron bebas pada atom N. Ligan 1,10 fenantrolin apabila disubstitusikan akan dapat membentuk kompleks ion besi (II) dan ion besi (II) sehingga dapat bertindak sebagai indikator dalam reaksi redoks (Day & A.L, 1999). Kompleks tersebut memiliki warna komplementer merah jingga yang terbaca pada daerah UV-Vis tampak pada panjang gelombang 500-600 nm. Rentang pH yang optimal untuk 1,10- fenantrolin yakni berada pada pH 2-9 (Amonette & C.T, 1998).

2.6 Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang terbentuk dari penggabungan dua atau lebih senyawa sederhana yang masing-masing dapat berdiri sendiri. Senyawa kompleks juga merupakan senyawa yang tersusun dari suatu ion logam pusat dengan satu atau lebih ligan yang menyumbangkan pasangan elektron bebas kepada ion logam pusat. Pada umumnya senyawa kompleks memiliki bilangan koordinasi enam dengan struktur umum dalam bentuk oktahedral (Huheey, 1993). Menurut (Saito, 1996) bilangan koordinasi tersebut ditentukan juga oleh ukuran atom pusat, jumlah elektron d dan efek sterik dari ligan.

Secara umum senyawa kompleks dapat dituliskan dengan empat formula sebagai kompleks netral, kompleks kation, kompleks anion dan kompleks kation-anion sebagai berikut :



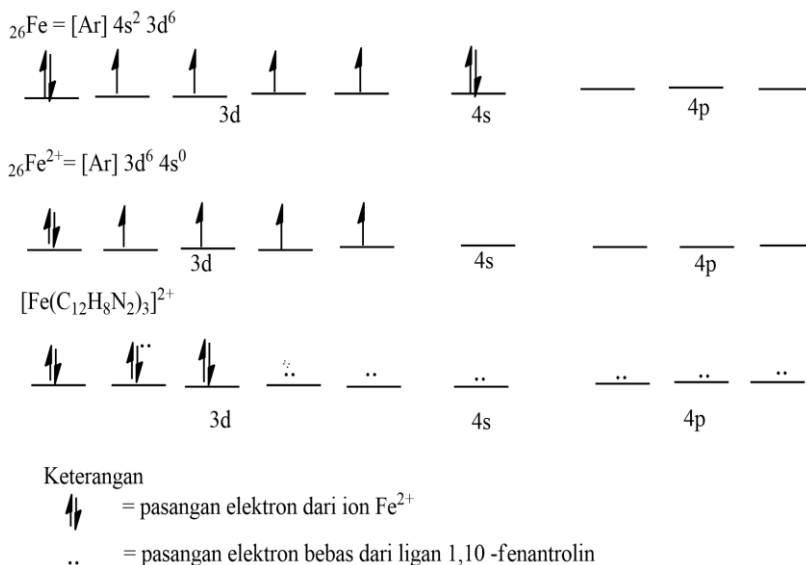
Dimana M dan M' merupakan (umumnya) logam transisi, L dan L' merupakan ligan (dapat lebih dari satu macam). X merupakan anion

dan m dan n merupakan bilangan bulat (Sugiyarto, 2012). Adapun syarat terbentuknya senyawa kompleks diantaranya sebagai berikut : 1. Lebih mudah terbentuk apabila ukuran jari-jari ion atau atom pusatnya kecil, namun memiliki muatan yang besar, 2. Memiliki orbital kosong dengan tingkat energy yang kurang lebih sama (Arsyad, 2000)

2.7 Senyawa Kompleks Fe(II)-Orto Fenantrolin

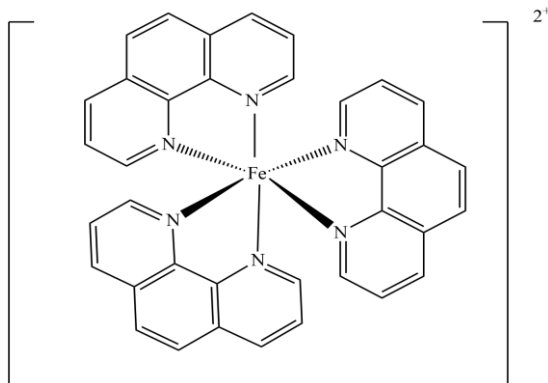
Pada analisa besi , ligan yang sering digunakan adalah orto fenantrolin. Hal ini dikarenakan kompleks Fe(II)-orto fenantrolin dapat membentuk warna kompleks yang stabil dalam waktu yang cukup lama. Warna kompleks Fe(II)-orto fenantrolin adalah merah jingga, hal ini disebabkan keberadaan ion $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dalam suasana asam dan warna merah jingga stabil untuk waktu rentang tertentu pada pH 2-9 (D.C Haris, 2003)

Orto-fenantrolin membentuk kompleks dengan besi(II) dengan menyumbangkan dua elektron bebas yang dimilikinya sehingga orto fenantrolin dapat dikatakan sebagai ligan bidentat. Ion Fe^{2+} sebagai ion pusat yang memiliki konfigurasi d^6 jika berikatan dengan ligan medan kuat, maka spinnya akan menjadi berpasangan. Gambar 2.5 merupakan hibridisasi pembentukan senyawa kompleks Fe(II)-orto fenantrolin sebagai berikut :



Gambar 2. 6 Hibridisasi Pembentukan Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

Sehingga konfigurasi elektron kompleks Fe(II)-orto fenantrolin tersebut membentuk hibridisasi d^2sp^3 yang bentuk geometrinya adalah oktahedral. Selain itu ligan orto-fenantrolin merupakan ligan yang cukup kuat. Hal ini sesuai dengan deret spektrokimia yang didasarkan menurut kapasitasnya untuk menyebabkan pemisahan orbital d. Berikut merupakan deret untuk ligan-ligan yang umum adalah $\text{I}^- < \text{Br}^- < \text{Cl}^- < \text{F}^- < \text{OH}^- < \text{C}_2\text{O}_4^{2-} < \text{H}_2\text{O} < \text{-NCS}^- < \text{py} < \text{NH}_3 < \text{en} < \text{bipy} < \text{o-phen} < \text{NO}_2^- < \text{CN}^-$ (Oxtoby, et al., 2003). Gambar 2.7 merupakan struktur dari senyawa kompleks Fe(II)-fenantrolin.



Gambar 2. 7 Struktur Kimia Senyawa Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

2.8 Larutan Buffer

Larutan buffer merupakan larutan yang dapat mempertahankan nilai pH dari penambahan asam, basa ataupun pengenceran oleh air (Mathew S.Fox, 2015). Pada larutan buffer, apabila diperlukan suasana asam (pH 0-2) maupun suasana basa (pH 12-14) maka perlu dilakukan penambahan asam maupun basa yang sesuai dengan kebutuhan. Apabila pH suatu larutan harus dipertahankan antara pH 2-12 maka tidak perlu dilakukan penambahan asam maupun basa melainkan penambahan larutan penyangga (larutan buffer) (Oxtoby, et al., 2001)

Larutan penyangga (larutan buffer) dapat mempertahankan pH sehingga reaksi tidak terhambat, dan tidak mempengaruhi produk yang dihasilkan. Larutan penyangga (larutan buffer) terdiri dari campuran basa lemah dan garamnya atau asam lemah dan garamnya (Skoog, 2002).

Rumus yang biasa digunakan dalam larutan buffer yakni

$$pH = pKa + \log \frac{[CH_3COO^-]}{[CH_3COOH]} \dots\dots\dots (2.1)$$

2.9 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan teknik yang melibatkan pengukuran jumlah radiasi ultraviolet atau radiasi visible yang diserap oleh suatu zat dalam larutan. Spektrofotometer UV-Vis dapat menganalisa interaksi radiasi cahaya pada zat di daerah ultraviolet (200-400 nm) dan daerah visible (400-800 nm) (Adeeyinwo & O.N, 2013). Absorpsi cahaya UV atau tampak akan mengakibatkan transisi elektronik (Fessenden & Fessenden, 1982). Absorpsi cahaya pada daerah UV-Vis akan menghasilkan transisi elektron pada transisi $n \rightarrow \pi^*$ dan transisi $\pi \rightarrow \pi^*$. Hal ini dikarenakan sesuai dengan energi sinar yang terletak diantara panjang gelombang 200 – 700 nm yang merupakan panjang gelombang pada spektrofotometer UV-Vis (Gandjar & Rohman, 2007). Salah satu yang perlu diperhatikan dalam penggunaan analisa spektrofotometer UV-Vis yakni pemilihan pelarut. Pemilihan pelarut bertujuan agar pembacaan pada UV-Vis tidak terdapat noise. Pelarut yang akan digunakan tidak harus dapat melarutkan suatu sampel dan juga tidak boleh menyerap cukup banyak absorbansi, hal ini agar tidak terjadi interaksi dengan senyawa yang akan dianalisa serta memiliki kemurnian yang tinggi (Day & A.L, 1989). Pada umumnya pelarut yang digunakan dalam spektrofotometer UV-Vis adalah air, etanol, sikloheksana dan isopropanol (Mulja & Suharman, 1995). Menurut hukum Beer menyatakan bahwa intensitas sinar radiasi monokromatik paralel berkurang secara eksponensial dengan jumlah molekul yang diserap. Sehingga dengan kata lain absorbansi sebanding dengan konsentrasi. Sedangkan hukum lambert menyatakan intensitas sinar radiasi monokromatis paralel berkurang secara eksponensial saat melewati media dengan ketebalan yang homogen. Sehingga

kombinasi dari kedua hukum tersebut menghasilkan hukum Lambert-Beer (Skoog, et al., 2007). Hukum lambert-beer menyatakan jumlah radiasi cahaya tampak (ultraviolet) yang diserap atau ditransmisikan oleh suatu larutan merupakan suatu fungsi eksponen dari konsentrasi zat dan tebal larutan. Dengan demikian, spektrofotometer UV-Vis dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi yang terserap dalam larutan dimana panjang gelombang dan warna komplementer pada UV-Vis dapat ditunjukkan pada Tabel 2.1 serta panjang gelombang dari berbagai warna dapat ditunjukkan pada Tabel 2.2

Tabel 2. 1 Panjang gelombang dan warna komplementer

Panjang gelombang (nm)	Warna yang Teradsorbsi	Warna tertransmisi (komplementernya)
400-435	Violet	Hijau – kuning
435-480	Biru	Kuning
480-490	Biru- hijau	Oranye
490-500	Hijau – biru	Merah
500-560	Hijau	Ungu
560-580	Hijau – kuning	Violet
580-595	Kuning	Biru
595-650	Oranye	Biru- hijau
650-670	Merah	Hijau – biru

(Day & A.L, 2002)

Tabel 2. 2 Panjang gelombang untuk setiap jenis warna

Jenis sinar	Panjang gelombang (nm)
Ultraviolet	<400
Violet	400-450
Biru	450-500
Hijau	500-570
Kuning	570-590
Oranye	590-620
Merah	620-760
Infra merah	>760

(Day & A.L, 2002)

Komponen-komponen yang menyusun spektrofotometer UV-Vis sebagai berikut :

1. Sumber - sumber lampu

Lampu deuterium digunakan untuk daerah UV pada panjang gelombang dari 190-350 nm, sementara lampu halogen kuarsa atau lampu tungsten digunakan untuk daerah visibel pada panjang gelombang antara 350-900 nm.

2. Monokromator

Monokromator digunakan untuk memperoleh sumber sinar yang monokromatis.

3. Kuvet

Kuvet digunakan sebagai wadah sampel untuk menaruh cairan ke dalam berkas cahaya spektrofotometer.

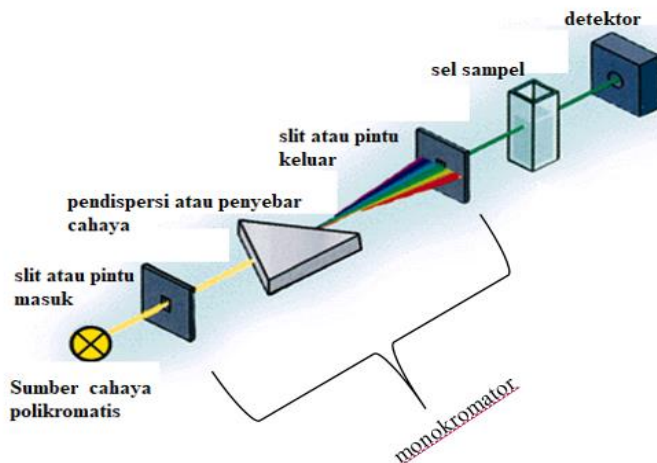
4. Detektor

Detektor berperan untuk memberikan respon terhadap cahaya pada berbagai panjang gelombang

5. Suatu amplifier (penguat) dan rangkain yang berkaitan membuat isyarat listrik untuk dapat dibaca

6. Sistem pembacaan yang memperlihatkan besarnya isyarat listrik

Berikut merupakan prinsip kerja dari spektrofotometri UV-Vis yang ditunjukkan pada Gambar 2.8 sebagai berikut.



Gambar 2. 8 Prinsip Kerja Spektrofotometri UV-Vis

2.10 Validasi Metode Analisis

Metode validasi merupakan suatu metode penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan di laboratorium. Untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk digunakan (Harmita, 2004). Pengembangan dari validasi metode analisa meliputi linearitas, akurasi, presisi.

2.10.1 Linearitas

Linearitas merupakan kemampuan untuk mendapatkan hasil dalam pengujian secara langsung yang sebanding dengan

konsentrasi dari analit sampel tersebut. Linearitas dapat dinyatakan dengan koefisien korelasi (r^2). Koefisien korelasi ini berfungsi untuk menaksir seberapa baik kumpulan titik titik percobaan yang sesuai dengan garis lurus. Berikut merupakan rumus dari koefisien korelasi sebagai berikut :

$$r = \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{\sqrt{[n \sum x^2 - (\sum x)^2][n \sum y^2 - (\sum y)^2]}} \dots\dots\dots (2.2)$$

dimana nilai x dan y merupakan titik titik pada suatu garis dengan persamaan $y = bx + a$. Nilai r merupakan 0, menunjukkan tidak adanya korelasi antara x dan y dari persamaan yang terbentuk (Schelfler, 1978). Nilai r mempunyai nilai dalam rentang $-1 \leq r \leq 1$ dan $0,9 \leq r^2 \leq 1$ (Butler, 2005).

2.10.2 Akurasi

Akurasi merupakan ukuran perbedaan antara harapan hasil tes dan nilai referensi yang diterima karena metode sistematis dan kesalahan laboratorium. Akurasi juga dapat digambarkan sampai sejauh mana hasil tes yang dilakukan oleh metode (Rajendra, 2014). Akurasi menunjukkan derajat kedekatan hasil yang diperoleh dengan hasil yang sebenarnya dan biasanya dinyatakan sebagai persentase *Perolehan Kembali*.

$$\% \text{ Perolehan Kembali} = \frac{\text{massa yang terukur}}{\text{massa awal}} \times 100 \% \dots\dots\dots (2.3)$$

Suatu metode dikatakan akurat apabila besarnya nilai yang diperoleh memenuhi $95 \leq \% \text{ perolehan kembali} \leq 105$ (Mulya, 1998). Berikut merupakan table persen perolehan kembali yang dapat diterima menurut (Day & A.L, 1998).

Tabel 2. 3 Persen perolehan kembali yang dapat diterima

Konsentrasi sampel	Batas Perolehan Kembali	Konsentrasi sampel	Batas Perolehan Kembali
100 %	98-101 %	0,01 %	85-110 %
10 %	95-102 %	1 ppm	75-120 %
1 %	92-105 %	10 ppm	80-110 %
0,1 %	90-108 %	10 ppb	70-125%

2.10.3 Presisi

Presisi merupakan tingkat kesesuaian diantara hasil analisa individual jika prosedur dilakukan berulang kali terhadap sampel ganda atau sampel homogen. Presisi dinyatakan sebagai simpangan baku relatif (SBR). Ukuran presisi yakni mengetahui kesalahan karena sistem, tidak tergantung pada penyiapan sampel dan ukuran dari variabilitas intrinsik termasuk kesalahan dari penyiapan sampel (Ibrahim, 2007). Untuk menentukan ketepatan suatu data dapat digunakan standar deviasi (SD), *Relative Standard Deviation* (RSD). Berikut persamaan dengan menggunakan SD yakni sebagai berikut :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (Xi-\bar{x})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (2.4)$$

$$RSD = \frac{S}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt} \dots\dots\dots (2.5)$$

$$CV = \frac{S}{\bar{x}} \times 100 \% \dots\dots\dots (2.6)$$

Dimana n merupakan jumlah data, i merupakan urutan data, Xi merupaakan nilai data dan \bar{x} merupakan nilai rata-rata data. Presisi yang bagus apabila mempunyai harga CV < 5 % untuk selang kepercayaan 95 % dan <1 % untuk selang kepercayaan 99 % (Atmajadiningrum, 2014). Sedangkan RSD mempunyai harga ≤

20 ppt , apabila melebihi dari yang ditentukan dapat dikatakan bahwa data kurang presisi (Riyanto, 2014).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain alat Spektrofotometer UV-Vis *Genesys 10 S*, neraca analit *Ohaus*, *Hot plate AREC*, kuvet kaca, pengaduk kaca, beker glass 50 mL dan 100 mL, labu ukur 10 mL, 50 mL dan 100 mL, botol timbang, corong, botol semprot, *stirrer*, pipet ukur 1 mL, 2 mL, 5 mL, dan 10 mL, pipet mikro.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ *p.a* (Merck), 1,10-Fenantroline monohidrat *p.a* (Merck), Natrium Tiosulfat Pentahidrat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), Natrium Hidroksilamin ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$), Natrium Asetat (CH_3COONa) *p.a* (Merck), Natrium Oksalat (NaC_2O_4), Asam asetat glasial (CH_3COOH), Aseton (CH_3COCH_3) *p.a* (Merck, kemurnian 99 %) dan aqua DM.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm

Padatan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebanyak 0,0483 gram dengan menggunakan neraca analit. Padatan tersebut kemudian dilarutkan dengan menggunakan aqua DM dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Diencerkan dengan menggunakan aqua DM hingga tanda batas dan dikocok-kocok hingga larutan homogen. Perhitungan pembuatan larutan standar Fe(III) dapat dilihat pada lampiran C.1.

3.2.2 Pembuatan Larutan Standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

Padatan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebanyak 0,0157 gram dengan menggunakan neraca analit. Padatan tersebut kemudian dilarutkan dengan menggunakan aqua DM dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Diencerkan dengan menggunakan aqua DM hingga tanda batas dan dikocok-kocok hingga larutan homogen. Perhitungan pembuatan larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dapat dilihat pada lampiran C.2.

3.2.3 Pembuatan Larutan Standar $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 100 ppm

Padatan $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ ditimbang sebanyak 0,0100 gram dengan menggunakan neraca analit. Padatan tersebut kemudian dilarutkan dengan menggunakan aqua DM dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Diencerkan dengan menggunakan aqua DM hingga tanda batas dan dikocok-kocok hingga larutan homogen. Perhitungan pembuatan larutan standar $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ dapat dilihat pada lampiran C.3.

3.2.4 Pembuatan Larutan Standar $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 500 ppm

Padatan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ditimbang sebanyak 0,0500 gram dengan menggunakan neraca analit. Padatan tersebut kemudian dimasukkan ke dalam gelas beker 100 mL dan dilarutkan dengan aqua DM. Setelah itu dipanaskan diatas hot plate dengan suhu 60°C dan diaduk dengan *stirrer* hingga padatan larut seluruhnya. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan menggunakan aqua DM hingga tanda batas dan dikocok-kocok hingga larutan homogen. Perhitungan pembuatan larutan standar $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ dapat dilihat pada lampiran C.4.

3.2.5 Pembuatan Larutan Standar 1,10 Fenantrolin 1000 ppm

Padatan 1,10 Fenantrolin ditimbang sebanyak 0,1000 gram dengan menggunakan neraca analit. Padatan tersebut dimasukkan ke dalam gelas beker 100 mL dan ditambahkan 50 mL aqua DM. Setelah itu dipanaskan diatas hot plate dengan suhu 60°C dan diaduk dengan *stirrer* hingga padatan larut seluruhnya. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan aqua DM dan diencerkan hingga tanda batas dan dikocok-kocok hingga larutan homogen. Perhitungan pembuatan larutan standar $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ dapat dilihat pada lampiran C.5.

3.2.6 Pembuatan Larutan Buffer Asetat

Larutan buffer asetat pH 4,5 dibuat dengan cara ditimbang padatan natrium asetat (CH_3COONa) sebanyak 0,7249 gram lalu padatan tersebut dimasukkan ke dalam gelas beker 100 mL dan ditambahkan sedikit aqua DM hingga larut. Larutan buffer asetat pH 4,5 dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, lalu ditambahkan 5 mL asam asetat dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Selanjutnya larutan buffer asetat divariasi pH nya yaitu : 3,0 ; 3,5 ; 4,0 ; 4,5 ; 5,0; 5,5 ; 6,0 . pH larutan diukur dengan menggunakan pH meter digital. Perhitungan larutan buffer asetat dapat dilihat pada lampiran C.6.

3.2.7 Pembuatan Larutan Blanko Panjang Gelombang Maksimum

Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ atau $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ diambil sebanyak 1,1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Ditambahkan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, 1,5 mL buffer asetat pH 4,5 dan 5 mL aseton. Ditambahkan aqua DM hingga tanda batas dan diencerkan dan dikocok-kocok hingga homogen.

3.2.8 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5 ; 0,6 ; 0,7 dan 0,8 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml. Ke dalam masing-masing labu ukur ditambahkan 1,1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,8 mL $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ dan 0,24 mL $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 1,5 ml larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, 1,5 ml larutan buffer asetat pH 4,5 dan 5 ml aseton. Ditambahkan aqua DM hingga volumenya 10 ml. Campuran dikocok dan didiamkan selama 15 menit. Selanjutnya campuran diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan Spektrofotometer UV-Vis. Percobaan ini dilakukan tiga kali pengulangan (triplo). Kemudian dibuat kurva kalibrasi hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi larutan Fe(III).

3.2.9 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan standar Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Ditambahkan 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ atau $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm dan 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5. Setelah itu, ditambahkan aseton sebanyak 5 mL dan diencerkan dengan menggunakan aqua DM hingga tanda batas dan dikocok-kocok hingga homogen. Larutan tersebut didiamkan selama 15 menit untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ serta 45 menit untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 400-600 nm. Pengukuran dilakukan sebanyak dua kali dengan menggunakan larutan blanko sebagai pembanding. Data yang diperoleh dibuat kurva untuk menentukan besarnya panjang gelombang maksimum yaitu absorbansi (A) terhadap panjang gelombang yang diperoleh.

3.2.10 Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat

Larutan standar Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambah 1,1 mL larutan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; 0,8 mL $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ atau 0,24 mL $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ dan 1,5 mL larutan buffer asetat dengan variasi pH 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 5,5; dan 6,0. Ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000ppm, 5 mL aseton dan diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ serta 45 menit untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum sebanyak dua kali. Data absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan pH buffer asetat, sehingga dari kurva tersebut diperoleh pH optimum dari buffer asetat.

3.2.11 Penentuan Waktu Optimum Pereduksi

Larutan standar Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambah 1,1 mL larutan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; 0,8 mL $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ atau 0,24 mL $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ dan 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5 untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ serta 1,5 mL larutan buffer asetat pH 5 untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$. Ditambahkan 1,5 mL larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm , dan 5 mL aseton dan diencerkan dengan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 0 ; 5 ; 10 ; 15; 20 ; 25 ; 30 ; 45 ; 60 menit dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum sebanyak tiga kali. Data absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan waktu pendiaman kompleks sehingga dari kurva tersebut dapat diperoleh waktu optimum dari pereduksi.

3.2.12 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi

Larutan Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan larutan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ atau $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ sebanyak 0,20: 0,22 : 0,24 :0,26 :0,28 : 0,5 ; 0,7 ; 0,8 : 0,9: 1,0: 1,1 : 1,2 dan 1,3 mL , larutan buffer asetat pH optimum sebanyak 1,5 mL, larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm sebanyak 1,5 mL dan 5 mL aseton. Kemudian ditambah aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ serta 45 menit untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum sebanyak dua kali. Data absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan konsentrasi pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$: $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$: $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$, sehingga dari kurva tersebut diperoleh konsentrasi optimum untuk reduktor $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ atau $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$.

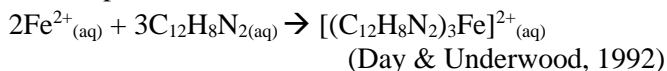
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

Penentuan panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin merupakan langkah awal dalam penelitian. Panjang gelombang maksimum dapat diketahui dari hasil nilai absorbansi tertinggi. Penentuan panjang gelombang ini ditentukan dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Penentuan panjang gelombang dilakukan pada rentang 400- 600 nm dengan interval 1 nm. Hal ini dikarenakan senyawa kompleks besi (II)-Fenantrolin memiliki warna merah jingga dengan warna dasar merah dan warna merah merupakan warna komplementer sehingga warna yang terserap pada spektotometer UV-Vis adalah warna hijau-biru yang terjadi akibat adanya transisi elektronik yang terbaca pada spektrofotometer UV-Vis pada rentang panjang gelombang 500-600 nm (Atkins, 1999).

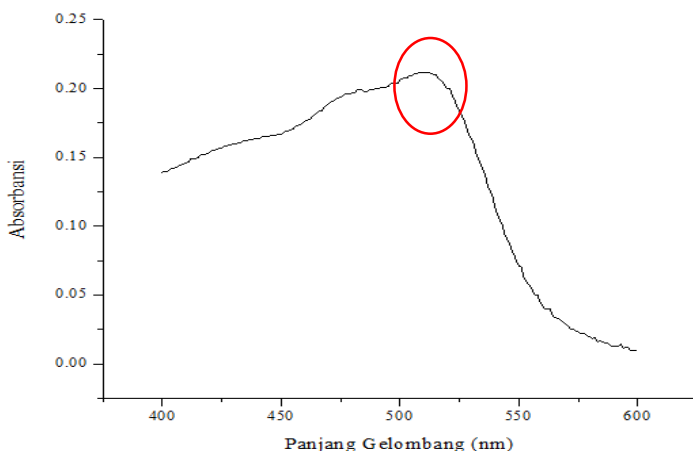
Kompleks besi(II)-fenantrolin terbentuk dari reaksi besi (II) dengan pengompleks 1,10-fenantrolin. Dengan menggunakan 1,10-fenantrolin, bentuk kompleks besi (II) berwarna merah jingga, yang biasa disebut ferrand dan stabil pada kondisi pH 2-9 (D.C Haris, 2003). Berikut merupakan reaksi yang terjadi pada pembentukan kompleks besi(II)-fenantrolin.



Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan pada cuplikan yang mengandung 5 ppm Fe(III) dan direduksi dengan pereduksi narium tiosulfat 11 ppm, hidroksilamin hidroklorida 8 ppm dan natrium oksalat 12 ppm dan ditambahkan dengan 1,5 mL larutan buffer asetat 4,5 ; 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm dan

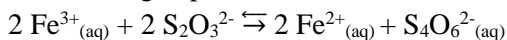
5 mL aseton. Aseton selain digunakan sebagai pelarut, aseton juga berfungsi untuk menjaga kestabilan kompleks dan juga menambah kepolaran pelarut. Blanko yang digunakan merupakan semua pereaksi kecuali larutan besi, antara lain : 1,1 mL larutan natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCL}$) atau 0,24 mL larutan natrium oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$), 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5 yang merupakan pH optimum untuk reaksi pembentukan kompleks (Liyana, 2011), 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm, dan 5 mL aseton yang kemudian diencerkan dengan aqua DM dalam labu ukur 10 mL hingga tanda batas. Pengukuran diulang sebanyak dua kali agar data yang dihasilkan akurat.

Gambar 4.1 merupakan kurva hasil penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, pada rentang panjang gelombang 400-600 nm dengan interval 1 nm.

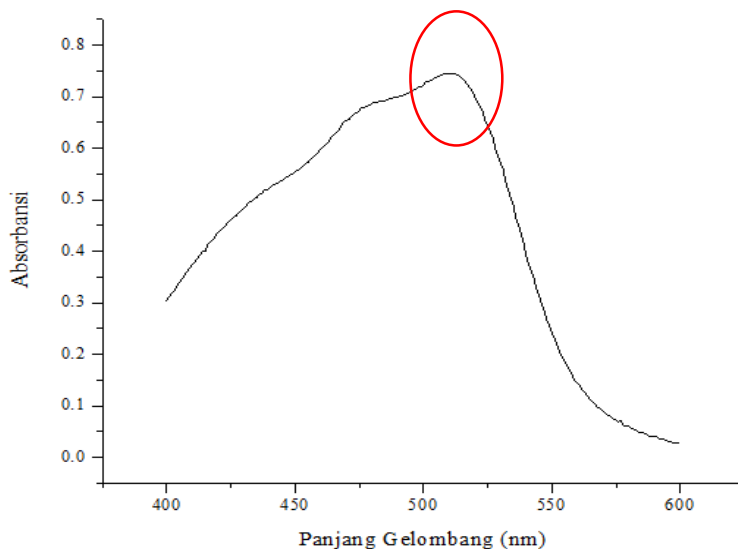


Gambar 4. 1 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.1 menunjukkan bahwa puncak tertinggi dengan absorbansi 0,322 terdapat pada panjang gelombang 510 nm yang merupakan panjang gelombang maksimum. Reaksi yang terjadi antara Fe(III) dengan pereduksi natrium tiosulfat dapat dilihat dengan persamaan berikut ini



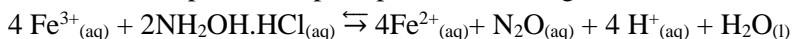
Pada Gambar 4.2 merupakan kurva hasil penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, pada rentang panjang gelombang 400-600 nm dengan interval 1 nm.



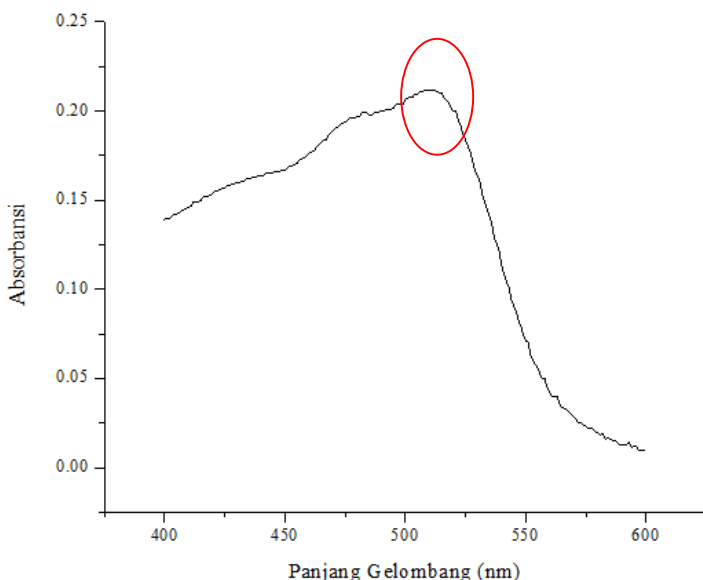
Gambar 4. 2 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$

Berdasarkan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa puncak tertinggi dengan absorbansi 0,746 terdapat pada panjang gelombang

510 nm yang merupakan panjang gelombang maksimum. Hal ini sesuai dengan peneliiian yang dilakukan oleh (Oktavia & Budhi, 2008) bahwa untuk panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ berada pada sekitaran panjang gelombang 510 nm. Reaksi yang terjadi antara Fe(III) dengan hidroksilamin hidroklorida dapat dilihat pada persamaan sebagai berikut.

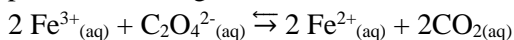


Pada Gambar 4.3 merupakan kurva hasil penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, pada rentang panjang gelombang 400-600 nm dengan interval 1 nm.



Gambar 4. 3 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Berdasarkan Gambar 4.3 menunjukkan bahwa puncak tertinggi dengan absorbansi 0,214 terdapat pada panjang gelombang 510 nm yang merupakan panjang gelombang maksimum. Reaksi yang terjadi antara Fe(III) dengan natrium oksalat dapat dilihat pada persamaan sebagai berikut.



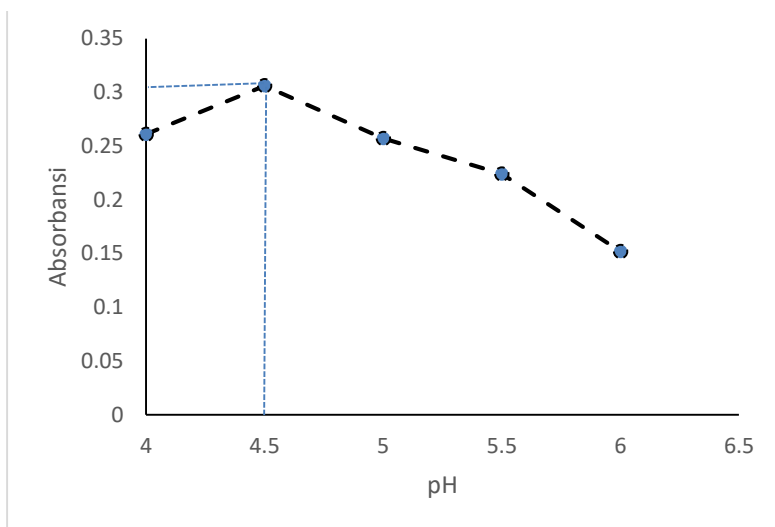
Panjang gelombang maksimum menunjukkan kepekaan tertinggi dan kesalahan terkecil sehingga pengukurannya akurat. Panjang gelombang ini selanjutnya akan digunakan untuk pengukuran absorbansi maksimum pada tahap-tahap selanjutnya.

4.2 Penentuan pH Optimum Buffer Asetat

Pada penelitian ini, reaksi besi (II) dikomplekskan dengan pengompleks 1,10-fenantrolin sehingga menghasilkan warna merah jingga. Kompleks besi(II)-fenantrolin stabil pada kondisi asam maupun basa pada rentang pH 2-9 (Lazic, et al., 2010). Dalam penelitian ini, dilakukan dalam kondisi asam dengan menggunakan buffer asetat untuk menjaga kestabilan kompleks yang terbentuk. Pemilihan buffer asam dilakukan karena buffer basa terdapat ion OH⁻, dimana ion OH⁻ salah satu ligan yang dapat berkompetisi dengan ligan 1,10-fenantrolin. Namun ligan 1,10 –fenantrolin sifatnya lebih kuat dibandingkan dengan ligan OH⁻. Hal ini ditunjukkan dalam deret spektrokimia : I⁻ < Br⁻ < S²⁻ < SCN⁻ < Cl⁻ < NO₃⁻ < F⁻ < OH⁻ < H₂O < NCS⁻ < NH₃ < en < bipy < phen < NO₂⁻ < CN⁻ < CO (Oxtoby, et al., 2001).

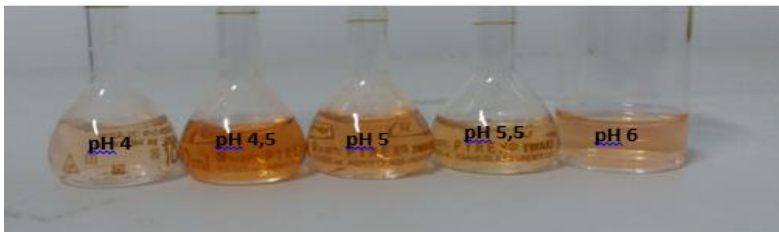
Ligan 1,10-fenantrolin merupakan reagen organik dan reaksi besi (II) dengan pengompleks 1,10–fenantrolin akan membentuk kompleks stabil dan berwarna merah jingga yang disebut ferrand.

Penentuan pH optimum buffer asetat dilakukan dengan variasi pH 3 ; 3,5 ; 4 ; 4,5 ; 5 ; 5,5 ; dan 6. Tujuan dilakukan variasi pH untuk mengetahui pengaruh pH optimum terhadap absorbansi dari larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$. Penentuan pH optimum ini dilakukan dengan menggunakan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ dan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ yang terukur pada panjang gelombang maksimum 510 nm. Gambar 4.4 merupakan kurva hasil penentuan pH optimum buffer asetat dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.



Gambar 4. 4 Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.4 menunjukkan bahwa puncak tertinggi dengan absorbansi 0,306 pada pH 4,5 dan nilai SD sebesar $0,71 \times 10^{-3}$. Hal ini dapat dibuktikan dengan terjadinya perubahan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang ditunjukkan pada Gambar 4.5.

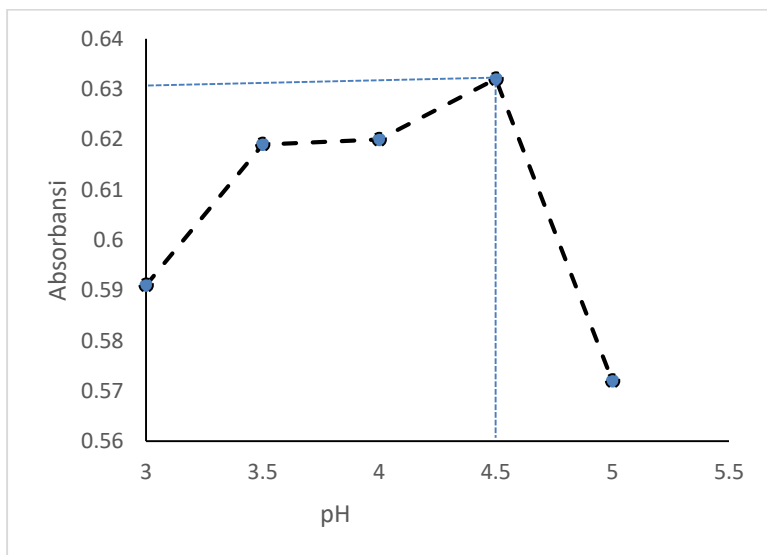


Gambar 4. 5 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ Pada Kondisi Asam

Berdasarkan Gambar 4.5 diatas maka dapat dilihat perubahan warna kompleks yang terjadi dimana pada kondisi buffer pH 4,5 kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga pekat dibandingkan dengan lainnya, sehingga dapat dikatakan bahwa pada buffer asetat pH 4,5 adalah kondisi optimum. Sehingga dapat dikatakan bahwa ketika kondisi buffer asetat dibawah kondisi optimum, warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga belum mencapai pekat hal ini disebabkan karena adanya pengaruh ion H^+ dalam larutan buffer sehingga belum semua Fe^{2+} bereaksi dengan ligan 1,10-fenantrolin dimana yang terbentuk adalah ion $3\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H}^+$ sedangkan kondisi buffer asetat diatas kondisi optimum, warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga semakin kurang pekat.

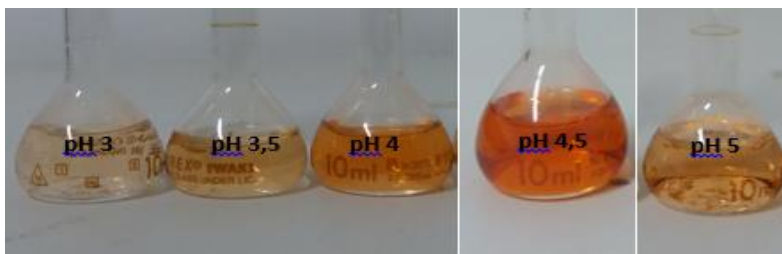
Selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari nilai *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD) untuk mengetahui tingkat kepresisian suatu metode. Metode dikatakan baik tingkat kepresisiannya apabila nilai $\text{CV} < 5\%$ dan

nilai RSD < 20 ppt (Miller & Miller, 1991). Nilai RSD untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada kondisi buffer asetat pH 4,5 sebesar 2,3110 ppt dan nilai CV untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada kondisi buffer asetat pH 4,5 sebesar 0.2311%. Sehingga dapat dikatakan bahwa pada kondisi buffer asetat pH 4,5 merupakan pH optimum dengan kepresisian yang baik. Gambar 4.6 menunjukkan kurva hasil penentuan pH optimum buffer asetat dengan pereduksi hidroksilamin hidroklorida.



Gambar 4. 6 Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

Berdasarkan Gambar 4.6 menunjukkan bahwa puncak tertinggi dengan absorbansi 0,632 pada pH 4,5 dengan nilai SD sebesar 0. Hal tersebut dapat dibuktikan dengan adanya perubahan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang dapat ditunjukkan pada Gambar 4.7



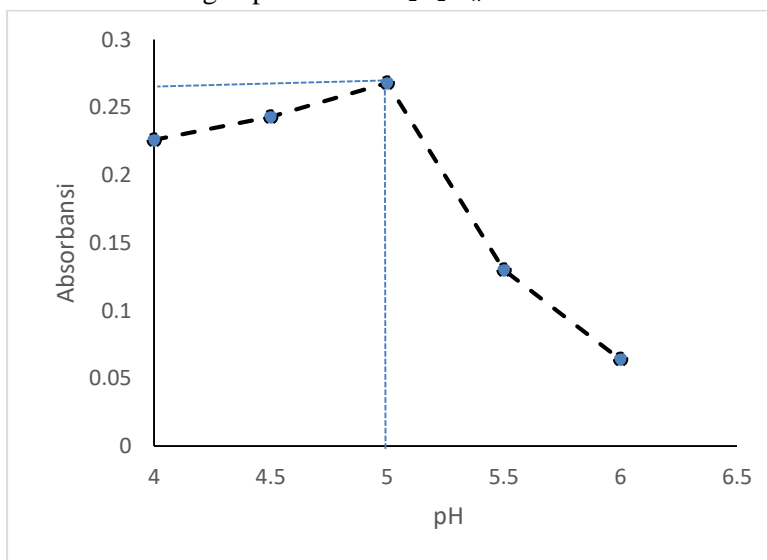
Gambar 4. 7 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida Pada Kondisi Asam

Berdasarkan Gambar 4.7 diatas maka dapat dilihat perubahan warna kompleks yang terjadi dimana pada kondisi buffer pH 4,5 kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga pekat dibandingkan dengan lainnya, sehingga dapat dikatakan bahwa pada buffer asetat pH 4,5 adalah kondisi optimum. Dilihat dari warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ lebih pekat dibandingkan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ hal ini membuktikan bahwa pereduksi hidroksilamin hidroklorida merupakan oksidator kuat dibandingkan dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Sehingga dapat dikatakan bahwa ketika kondisi buffer asetat dibawah kondisi optimum, warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna warna merah jingga belum mencapai pekat hal ini disebabkan karena adanya pengaruh ion H^+ dalam larutan buffer sehingga belum semua Fe^{2+} bereaksi dengan ligan 1,10-fenantrolin dimana yang terbentuk adalah ion $3\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H}^+$ sedangkan kondisi buffer asetat diatas kondisi optimum, warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga semakin kurang pekat.

Selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari nilai *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD) untuk mengetahui tingkat kepresisian suatu metode. Metode

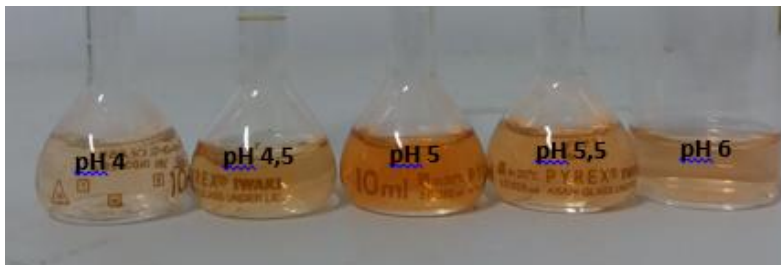
dikatakan baik tingkat kepresisiannya apabila nilai $CV < 5\%$ dan nilai $RSD < 20$ ppt (Miller & Miller, 1991). Nilai RSD untuk pereduksi $NH_2OH.HCl$ pada kondisi buffer asetat pH 4,5 sebesar 0 ppt dan nilai CV untuk pereduksi $NH_2OH.HCl$ pada kondisi buffer asetat pH 4,5 sebesar 0%. Sehingga dapat dikatakan bahwa kondisi buffer pH 4,5 merupakan pH optimum dengan kepresisian yang baik.

Gambar 4.8 merupakan kurva hasil penentuan pH optimum buffer asetat dengan pereduksi $Na_2C_2O_4$.



Gambar 4. 8 Kurva pH Optimum Buffer Asetat dengan Pereduksi $Na_2C_2O_4$

Berdasarkan Gambar 4.8 menunjukkan bahwa puncak tertinggi dengan absorbansi 0,268 pada pH 5 dengan nilai SD sebesar $0,71 \times 10^{-3}$. Hal ini dapat dibuktikan dengan terjadinya perubahan warna kompleks $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$ yang ditunjukkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4. 9 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ Pada Kondisi Asam

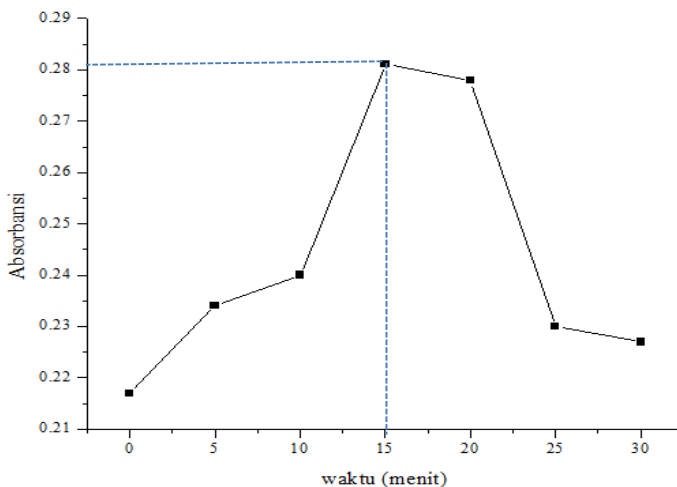
Berdasarkan Gambar 4.9 diatas maka dapat dilihat perubahan warna kompleks yang terjadi dimana pada kondisi buffer pH 5 kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga pekat dibandingkan dengan lainnya, dilihat dari warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ pereduksi hidroksilamin lebih pekat dibandingkan dengan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dari pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, hal ini membuktikan bahwa hidroksilamin hidroklorida oksidator kuat dibandingkan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$. Sehingga dapat dikatakan bahwa pada buffer asetat pH 5 adalah kondisi optimum. Sehingga dapat dikatakan bahwa ketika kondisi buffer asetat dibawah kondisi optimum, warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga belum mencapai pekat hal ini disebabkan karena adanya pengaruh ion H^+ dalam larutan buffer sehingga belum semua Fe^{2+} bereaksi dengan ligan 1,10-fenantrolin dimana yang terbentuk adalah ion $3\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H}^+$ sedangkan kondisi buffer asetat diatas kondisi optimum, warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga semakin kurang pekat.

Selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari nilai *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD) untuk mengetahui tingkat kepresisian suatu metode. Metode

dikatakan baik tingkat kepresisiannya apabila nilai $CV < 5 \%$ dan nilai $RSD < 20$ ppt (Miller & Miller, 1991). Nilai RSD untuk pereduksi $Na_2C_2O_4$ pada kondisi buffer asetat pH 5 sebesar 2,6384 ppt dan nilai CV untuk pereduksi $Na_2C_2O_4$ pada kondisi buffer asetat pH 5 sebesar 0,2638 %. Sehingga dapat dikatakan bahwa kondisi buffer asetat pH 5 merupakan pH optimum dengan kepresisian yang baik.

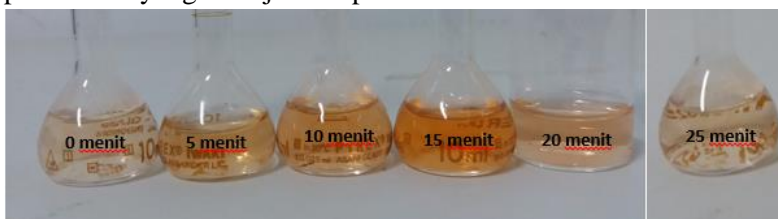
4.3 Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$

Waktu pendiaman menjadi salah satu faktor yang dapat mempengaruhi reaksi pembentukan kompleks $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$, agar semua ion Fe^{2+} dapat berikatan dengan ligan 1,10 fenantrolin dan dapat membentuk kompleks yang sempurna. Sehingga untuk meningkatkan kesempurnaan kompleks $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$, maka perlu dicari waktu optimumnya. Pengaruh waktu pendiaman dilakukan variasi waktu yakni dari 0 hingga 60 menit. Penentuan waktu optimum untuk pereduksi $Na_2S_2O_3$ dan $NH_2OH.HCl$ dilakukan pada pH buffer asetat 4,5 sedangkan untuk pereduksi $Na_2C_2O_4$ dilakukan pada pH buffer asetat 5 dengan pengukuran panjang gelombang 510 nm. Gambar 4.10 merupakan kurva penentuan waktu optimum kompleks $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $Na_2S_2O_3$.



Gambar 4. 10 Kurva Waktu Optimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.10 menunjukkan puncak tertinggi dengan absorbansi sebesar 0,281 dengan waktu pendiaman 15 menit dengan nilai SD sebesar 0. Hal tersebut dapat dibuktikan dengan perubahan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ karena waktu pendiaman yang ditunjukkan pada Gambar 4.11.

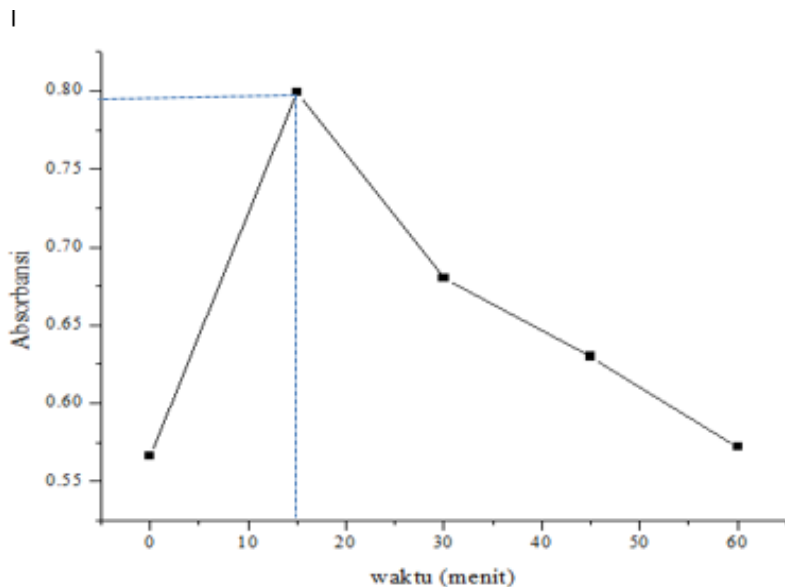


Gambar 4. 11 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.11 diatas maka dapat dilihat perubahan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terjadi pada waktu pendiaman 15 menit berwarna merah jingga pekat dibandingkan dengan lainnya. Hal ini dibuktikan dengan nilai absorbansi mengalami kenaikan sampai waktu pendiamana 15 menit dan setelah 15 menit nilai absorbansi mengalami penurunan. Sehingga dapat dikatakan bahwa waktu pendiaman 15 menit merupakan waktu optimum untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Dapat dikatakan bahwa ketika kondisi dibawah waktu optimum, warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga masih belum pekat hal ini disebabkan karena adanya pengaruh H^+ dalam larutan buffer sehingga belum semua Fe^{2+} bereaksi dengan ligan 1,10-fenantrolin dimana yang terbentuk adalah ion $3\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H}^+$ sedangkan kondisi diatas waktu optimum, warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga semakin kurang pekat.

Selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari nilai *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD) untuk mengetahui tingkat kepresisian suatu metode dari waktu pendiamaan. Nilai RSD untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada waktu pendiaman 15 menit sebesar 0 ppt dan nilai CV untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada waktu pendiaman 15 menit sebesar 0 %. Sehingga dapat dikatakan bahwa waktu pendiaman 15 menit merupakan waktu optimum dengan kepresisian yang baik.

Gambar 4.12 merupakan kurva penentuan waktu optimum kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$



Gambar 4. 12 Kurva Waktu Optimum Kompleks $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$.

Berdasarkan Gambar 4.12 menunjukkan puncak tertinggi dengan absorbansi sebesar 0,799 dengan waktu pendiaman 15 menit dengan nilai SD sebesar $0,71 \times 10^{-3}$. Hal ini dibuktikan dengan perubahan warna yang terjadi pada kompleks $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang ditunjukkan pada Gambar 4.13.

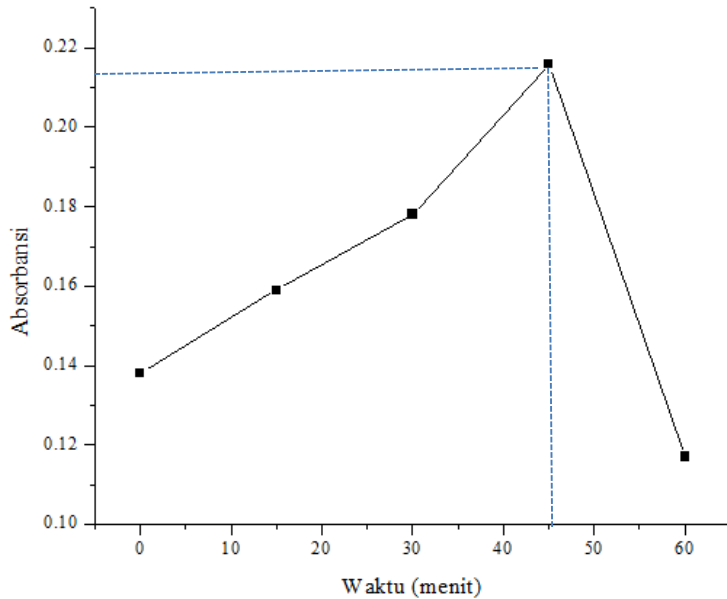


Gambar 4. 13 Perubahan Warna Kompleks $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$

Berdasarkan Gambar 4.13 diatas maka dapat dilihat perubahan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terjadi pada waktu pendiaman 15 menit berwarna merah jingga pekat dibandingkan dengan lainnya. Hal ini dibuktikan dengan nilai absorbansi mengalami kenaikan sampai waktu pendiamana 15 menit dan setelah 15 menit nilai absorbansi mengalami penurunan. Selain itu warna kompleks $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ berwarna merah jingga pekat dibandingkan warna kompleks $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, maka pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ merupakan oksidator kuat untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Sehingga dikatakan bahwa waktu pendiaman 15 menit merupakan waktu optimum untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$. Dapat dikatakan bahwa ketika kondisi dibawah waktu optimum, warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna warna merah jingga masih belum pekat hal ini disebabkan karena adanya pengaruh H^+ dalam larutan buffer sehingga belum semua Fe^{2+} bereaksi dengan ligan 1,10-fenantrolin dimana yang terbentuk adalah ion $3\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H}^+$ sedangkan kondisi diatas waktu optimum, warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga semakin kurang pekat.

Selanjutnya dilakukan perhitungan untuk mencari nilai *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD) untuk mengetahui tingkat kepresisian suatu metode dari waktu pendiaman. Nilai RSD untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ pada waktu pendiaman 15 menit sebesar 0,8849 ppt dan nilai CV untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ pada waktu pendiaman 15 menit sebesar 0,0844%. Sehingga dapat dikatakan bahwa pada waktu pendiaman 15 menit merupakan waktu optimum dengan kepresisian yang baik.

Gambar 4.14 merupakan kurva penentuan waktu optimum kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$



Gambar 4. 14 Kurva Waktu Optimum Kompleks $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Berdasarkan Gambar 4.14 menunjukkan puncak tertinggi dengan absorbansi sebesar 0,216 dengan waktu pendiaman 45 menit dengan nilai SD sebesar $0,71 \times 10^{-3}$. Hal ini dibuktikan dengan perubahan warna yang terjadi pada kompleks $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang ditunjukkan pada Gambar 4.15



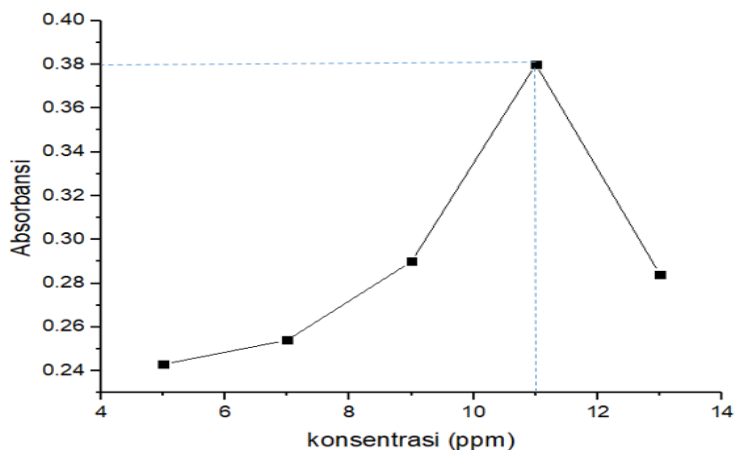
Gambar 4. 15 Perubahan Warna Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Berdasarkan Gambar 4.15 diatas maka dapat dilihat perubahan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terjadi pada waktu pendiaman 15 menit berwarna merah jingga pekat dibandingkan dengan lainnya. Hal ini dibuktikan dengan nilai absorbansi mengalami kenaikan sampai waktu pendiamana 15 menit dan setelah 15 menit nilai absorbansi mengalami penurunan. Sehingga dikatakan bahwa waktu pendiaman 15 menit merupakan waktu optimum untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$. Dapat dikatakan bahwa ketika kondisi dibawah waktu optimum, warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna warna merah jingga masih belum pekat hal ini disebabkan karena adanya pengaruh H^+ dalam larutan buffer sehingga belum semua Fe^{2+} bereaksi dengan ligan 1,10-fenantrolin dimana yang terbentuk adalah ion $3\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H}^+$ sedangkan kondisi diatas waktu optimum, secara kualitatif warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ berwarna merah jingga semakin kurang pekat.

Nilai *Relative Standard Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV) dilakukan perhitungan untuk mengetahui tingkat kepresisian dari waktu pendiaman. Nilai RSD untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ pada waktu pendiaman 45 menit sebesar 3,2736 pt dan nilai CV untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ pada waktu pendiaman 45 menit sebesar 0,3274 %. Sehingga dapat dikatakan bahwa pada waktu pendiaman 45 menit merupakan waktu optimum dengan kepresisian yang baik.

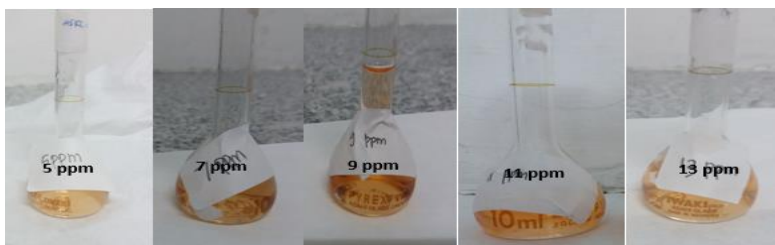
4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi

Penentuan konsentrasi optimum dari pereduksi bertujuan untuk mengetahui pada konsentrasi berapa kondisi optimum pereduksi untuk mereduksi ion Fe^{3+} menjadi ion Fe^{2+} dengan pengompleks 1,10 fenantrolin pada suasana asam. Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ dilakukan beberapa variasi konsentrasi yaitu 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12 dan 13 ppm. Sedangkan untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ dilakukan beberapa variasi konsentrasi yaitu 10, 11, 12, 13, dan 14 ppm. Larutan induk Fe^{3+} ditambahkan dengan agen pereduksi dengan variasi konsentrasi dan diukur absorbansinya untuk mengetahui kondisi optimum konsentrasi dari masing-masing pereduksi. Data yang diperoleh kemudian dibuat kurva hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi. Gambar 4.16 merupakan kurva penentuan konsentrasi optimum kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.



Gambar 4. 16 Kurva Konsentrasi Optimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.16 menunjukkan bahwa variasi konsentrasi yang dilakukan yakni 5 ppm, 7 ppm, 9 ppm, 11 ppm dan 13 ppm. Pada konsentrasi 5 ppm hingga 11 ppm mengalami peningkatan namun pada konsentrasi 13 ppm mengalami penurunan. Pada konsentrasi 11 ppm menunjukkan puncak absorbansi tertinggi dengan nilai 0,380 dengan nilai SD sebesar 0. Hal tersebut dapat dibuktikan dengan perubahan warna kompleks $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang ditunjukkan pada Gambar 4.17.



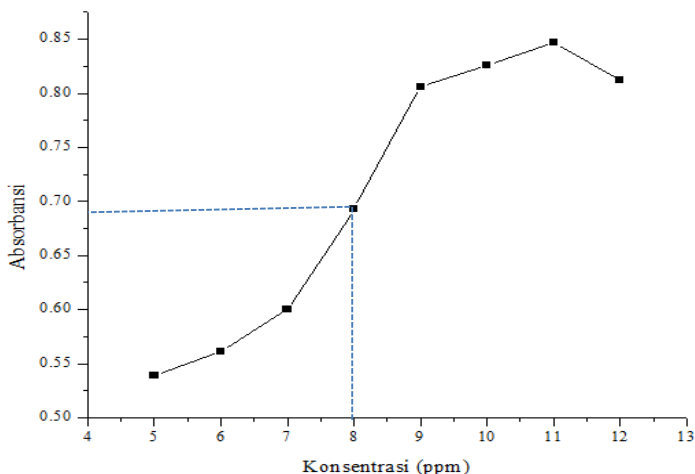
Gambar 4. 17 Perubahan Warna Kompleks Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.17 diatas dapat dikatakan bahwa konsentrasi pereduksi 11 ppm merupakan konsentrasi yang secara optimal untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Nilai absorbansi dibawah konsentrasi optimum menunjukkan bahwa absorbansi kurang optimum akibat konsentrasi pereduksi yang digunakan untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} masih belum tereduksi keseluruhan dan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terbentuk sedikit dikarenakan larutan yang terukur masing terdapat ion Fe^{3+} . Sedangkan nilai absorbansi diatas konsentrasi optimum menunjukkan nilai absorbansi yang mengalami penurunan karena pereduksi yang digunakan berlebih sehingga berkompetisi dengan pengompleks 1,10 fenantrolin yang dapat mempengaruhi pembentukan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$. Sehingga menyebabkan

warna merah jingga pada larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ terbentuk semakin kurang pekat (Itodo, et al., 2012).

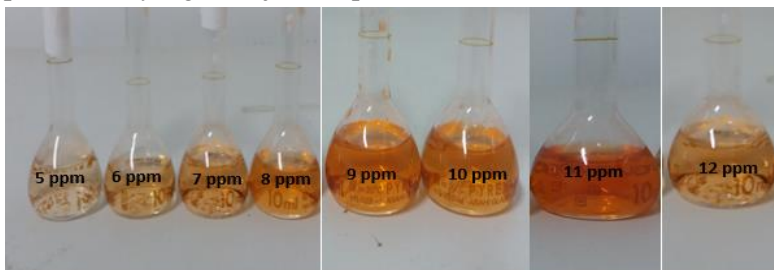
Data yang telah diperoleh digunakan untuk menentukan harga *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative Standard Deviation* (RSD) untuk mengetahui kepresisian suatu metode. Nilai CV untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada konsentrasi 11 ppm sebesar 0 % dimana untuk kepresisian yang baik harga CV lebih kecil dari 5 %, sedangkan nilai RSD untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada konsentrasi 11 ppm sebesar 0 ppt dimana untuk kepresisian yang baik harga RSD lebih kecil dari 20 ppt. Sehingga konsentrasi 11 ppm merupakan konsentrasi optimum dengan kepresisian yang baik.

Gambar 4.18 menunjukkan kurva penentuan konsentrasi optimum kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$



Gambar 4. 18 Kurva Konsentrasi Optimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$

Berdasarkan Gambar 4.18 menunjukkan pada konsentrasi 5 ppm sampai 8 ppm mengalami kenaikan nilai absorbansi dengan puncak absorbansi tertinggi berada pada konsentrasi 8 ppm sebesar 0,693 dengan nilai SD 0. Hal tersebut dapat dibuktikan dengan perubahan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ karena waktu pendiaman yang ditunjukkan pada Gambar 4.19

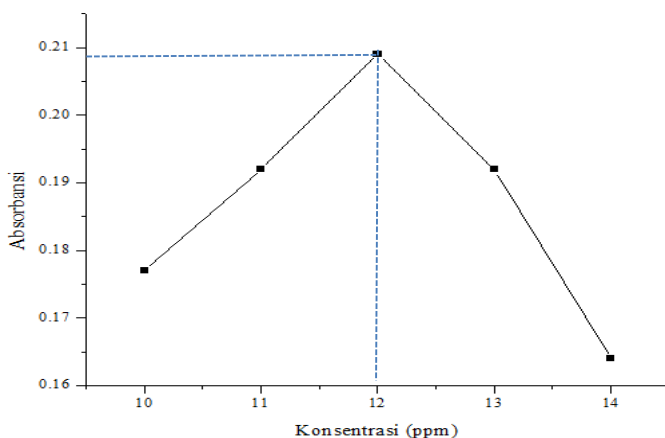


Gambar 4. 19 Perubahan Warna Kompleks Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$

Berdasarkan Gambar 4.19 maka dapat dilihat perubahan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terjadi pada konsentrasi 8 ppm berwarna merah jingga meskipun tidak terlalu pekat namun absorbansi yang dihasilkan berada pada range standart absorbansi yang ditentukan. Pada konsentrasi 9 ppm sampai 11 ppm juga mengalami kenaikan absorbansi namun nilai absorbansi yang diperoleh melebihi batas standart absorbansi yang ditentukan. Sedangkan pada konsentrasi 12 ppm mengalami penurunan nilai absorbansi. Penurunan nilai absorbansi pada konsentrasi 12 ppm disebabkan karena pereduksi yang digunakan berlebih dan pereduksi berkompetisi dengan pengompleks 1,10 fenantrolin sehingga menyebabkan warna merah jingga pada larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ terbentuk semakin kurang pekat.

Selanjutnya data yang diperoleh akan digunakan untuk menghitung harga *Coefficient Variation* (CV) dan *Relative*

Standard Deviation (RSD). Nilai CV untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ pada konsentrasi 8 ppm sebesar 0 % dimana untuk kepresisian yang baik harga CV lebih kecil dari 5 %, sedangkan nilai RSD untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ pada konsentrasi 8 ppm sebesar 0 ppt. Sehingga konsentrasi 8 ppm merupakan konsentrasi optimum dengan kepresisian yang baik. Gambar 4.20 merupakan kurva penentuan konsentrasi optimum kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan menggunakan pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.



Gambar 4. 20 Kurva Konsentrasi Optimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Berdasarkan Gambar 4.20 menunjukkan bahwa pada konsentrasi 10 ppm hingga 12 ppm mengalami kenaikan nilai absorbansi sehingga dapat dilihat bahwa puncak absorbansi tertinggi berada pada konsentrasi 12 ppm sebesar 0,209 dengan nilai SD sebesar $1,14 \times 10^{-3}$. Hal tersebut dapat dibuktikan dengan perubahan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang ditunjukkan pada Gambar 4.21



Gambar 4. 21 Perubahan Warna $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Berdasarkan Gambar 4.21 diatas maka dapat dilihat perubahan warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terjadi pada konsentrasi 12 ppm berwarna merah jingga pekat dibandingkan dengan lainnya. Hal ini menunjukkan bahwa pada konsentrasi 12 ppm merupakan konsentrasi yang secara optimal untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Natrium oksalat dengan konsentrasi 12 ppm menghasilkan nilai CV sebesar 0,6766 % sedangkan untuk nilai RSD sebesar 6,7665 ppt. Natrium oksalat dengan konsentrasi 12 ppm merupakan kosentrasi optimum dengan kepresisian yang baik dimana untuk harga CV lebih kecil dari 5 % dan harga RSD lebih kecil dari 20 ppt menghasilkan kepresisian yang baik.

4.5 Pembuatan Kurva Kalibrasi Kompleks Fe(II)-Fenantrolin

Kurva kalibrasi merupakan suatu metode yang digunakan sebagai validasi suatu metode yang berguna sebagai pembuktian untuk mengetahui keabsahan dan kesesuaian data yang diperoleh. Garis kurva yang diperoleh berasal dari titik-titik menyatakan hubungan antara konsentrasi sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y. Metode validasi untuk spektrofotometri UV-Vis menggunakan beberapa parameter seperti linearitas, akurasi, presisi. Kurva kalibrasi dari kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ ditentukan dengan pengukuran variasi konsentrasi Fe^{3+} yakni 1 , 2 , 3 , 4 , dan 5 ppm,

kemudian dilakukan pengukuran absorbansi pada panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yaitu 510 nm dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Variasi konsentrasi ini akan mempengaruhi warna kompleks yang dihasilkan, semakin besar konsentrasi maka intensitas warna kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terlihat akan semakin pekat. Kurva kalibrasi ini dilakukan untuk menentukan besarnya konsentrasi Fe^{3+} yang tereduksi berdasarkan besarnya absorbansi dan membuktikan hukum Lambert-Beer. Kesesuaian hukum Lambert-Beer yang menyatakan bahwa absorbansi suatu larutan akan berbanding lurus dengan konsentrasi sampel yang diserap oleh larutan.

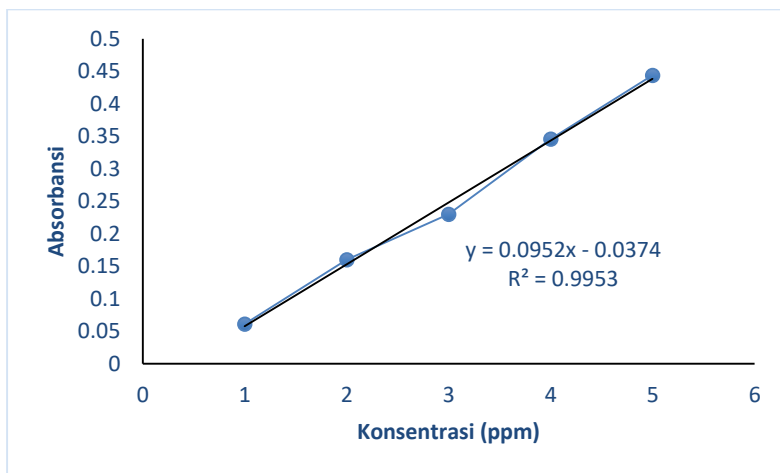
Tabel 4.1 merupakan data hasil pengukuran kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi natrium oksalat. Pembuatan kurva kalibrasi dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dilakukan dengan melakukan variasi konsentrasi Fe^{3+} 1 ppm hingga 5 ppm pada panjang gelombang maksimum pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yaitu 510 nm, pada kondisi sudah dioptimasi yakni buffer asetat pH 4,5 dengan konsentrasi pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sebesar 11 ppm.

Tabel 4. 1 Data Nilai Absorbansi dari Fe (III) dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Konsentrasi Fe^{3+} (ppm)	Absorbansi
1	0.061
2	0.160
3	0.230
4	0.346
5	0.444

Berdasarkan tabel 4.1 kemudian dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y).

sehingga pada Gambar 4.22 dapat dilihat grafik kurva kalibrasi kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.



Gambar 4. 22 Kurva Kalibrasi Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Berdasarkan Gambar 4.22 menunjukkan bahwa dari kurva kalibrasi tersebut diperoleh persamaan garis yaitu $y = 0.0952x - 0.0374$ dengan nilai r sebesar 0,99765 dan nilai r^2 sebesar 0,9953. Dengan nilai intersep sebesar 0,0374. Nilai koefisien relasi (r) menunjukkan hubungan linier antara konsentrasi dan absorbansi dimana menurut (Butler, 2005) rentang nilai r dikatakan baik berada pada $-1 \leq r \leq 1$ dan rentang nilai r^2 sebesar $0,9 \leq r^2 \leq 1$. Berdasarkan nilai koefisien korelasi yang telah diperoleh menunjukkan bahwa semua titik terletak pada garis lurus dimana lerengnya bernilai positif karena nilai r mendekati +1, hal ini menandakan bahwa terdapat hubungan yang erat antara konsentrasi dengan absorbansi. Sedangkan nilai koefisien determinasi (r^2) yang diperoleh menunjukkan bahwa data tersebut memiliki linearitas

yang baik. Hal ini sesuai dengan hukum Lambert-Beer yaitu $A = a.b.c$, dimana absorbansi (A) berbanding lurus dengan konsentrasi (c).

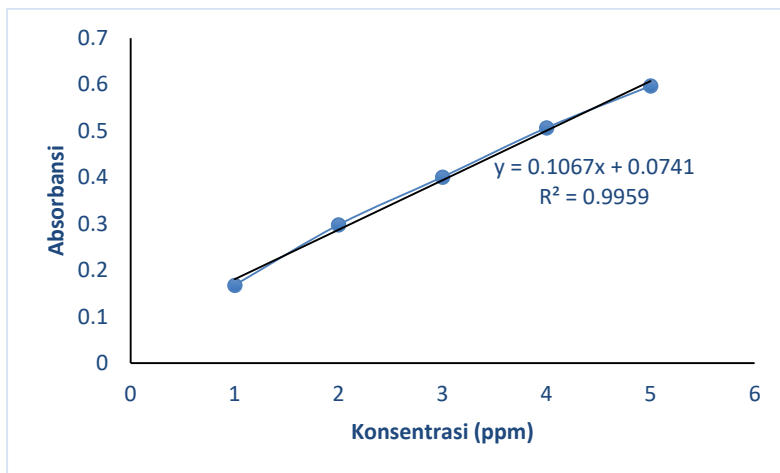
Selain itu, juga dilakukan uji t pada kurva kalibrasi yang bertujuan agar mendukung selang kepercayaan penggunaan kurva kalibrasi. Dimana hipotesis awal H_0 menyatakan tidak adanya korelasi antara konsentrasi dan absorbansi. H_0 ditolak jika nilai $t_{hitung} > t_{tabel}$ dan H_0 diterima jika nilai $t_{hitung} < t_{tabel}$. Dengan nilai derajat kebebasan = 5 dan selang kepercayaan 95 % dengan nilai t_{tabel} sebesar 3,18 (Lampiran H) $t_{hitung} > t_{tabel} = 25,24 > 3,18$. Sehingga dapat dikatakan bahwa H_0 ditolak dan H_1 diterima karena adanya korelasi linier antara konsentrasi Fe^{3+} dengan absorbansi.

Tabel 4.2 merupakan data hasil pengukuran kompleks $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi hidroksilamin hidroklorida. Pembuatan kurva kalibrasi dengan pereduksi hidroksilamin hidroklorida dilakukan dengan melakukan variasi konsentrasi Fe^{3+} 1 ppm hingga 5 ppm pada panjang gelombang maksimum pereduksi hidroksilamin yaitu 510 nm, pada kondisi sudah dioptimasi yakni buffer asetat pH 4,5 dengan konsentrasi pereduksi hidroksilamin hidroklorida sebesar 8 ppm.

Tabel 4. 2 Data Nilai Absorbansi dari Fe(III) dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

Konsentrasi Fe^{3+} (ppm)	Absorbansi
1	0.168
2	0.298
3	0.401
4	0.507
5	0.597

Berdasarkan tabel 4.2 kemudian dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y). sehingga pada Gambar 4.23 dapat dilihat grafik kurva kalibrasi kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi hidroksilamin hidroklorida.



Gambar 4. 23 Kurva Kalibrasi Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

Berdasarkan Gambar 4.23 menunjukkan bahwa dari kurva kalibrasi tersebut diperoleh persamaan garis yaitu $y = 0.1067x + 0.0741$ dengan nilai r sebesar 0,99795 dan nilai r^2 sebesar 0,9959. Dengan nilai intersep sebesar 0,0741. Berdasarkan nilai koefisien korelasi yang telah diperoleh menunjukkan bahwa semua titik terletak pada garis lurus dimana lerengnya bernilai positif karena nilai r mendekati +1, hal ini menandakan bahwa terdapat hubungan yang erat antara konsentrasi dengan absorbansi. Sedangkan nilai koefisien determinasi (r^2) yang diperoleh menunjukkan bahwa data

tersebut memiliki linearitas yang baik. Hal ini sesuai dengan hukum Lambert-Beer yaitu $A = a.b.c$, dimana absorbansi (A) berbanding lurus dengan konsentrasi (c).

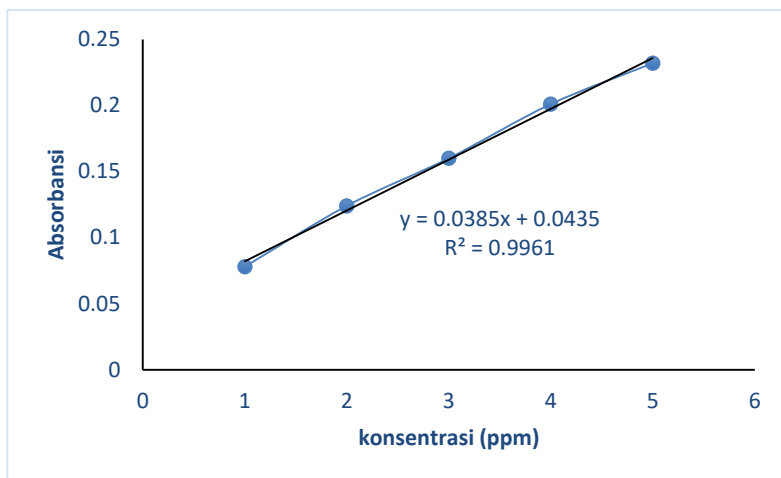
Uji t dilakukan pada kurva kalibrasi yang bertujuan agar mendukung selang kepercayaan penggunaan kurva kalibrasi. Dimana hipotesisi awal H_0 menyatakan tidak adanya korelasi antara konsentrasi dan absorbansi. H_0 ditolak jika nilai $t_{hitung} > t_{tabel}$ dan H_0 diterima jika nilai $t_{hitung} < t_{tabel}$. Dengan nilai derajat kebebasan = 5 dan selang kepercayaan 95 % dengan nilai t_{tabel} sebesar 3,18 (Lampiran H). Nilai t_{hitung} yang diperoleh sebesar 27,10 (Lampiran G.2.2). Nilai t_{hitung} dibandingkan dengan nilai t_{tabel} , sehingga diketahui bahwa nilai $t_{hitung} > t_{tabel} = 27,10 > 3,18$. Sehingga dapat dikatakan bahwa H_0 ditolak dan H_1 diterima karena adanya korelasi linier antara konsentrasi Fe^{3+} dengan absorbansi.

Tabel 4.3 merupakan data hasil pengukuran kompleks $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $Na_2C_2O_4$. Pembuatan kurva kalibrasi dengan pereduksi $Na_2C_2O_4$ dilakukan dengan melakukan variasi konsentrasi Fe^{3+} 1 ppm hingga 5 ppm pada panjang gelombang maksimum pereduksi hidrosilamin yaitu 510 nm, pada kondisi sudah dioptimasi yakni buffer asetat pH 5 dengan konsentrasi pereduksi hidrosilamin hidroklorida sebesar 12 ppm.

Tabel 4. 3 Data Nilai Absorbansi dari Fe(III) dengan Pereduksi $Na_2C_2O_4$

Konsentrasi Fe^{3+} (ppm)	Absorbansi
1	0.078
2	0.124
3	0.160
4	0.201
5	0.232

Berdasarkan tabel 4.3 kemudian dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y). sehingga pada Gambar 4.24 dapat dilihat grafik kurva kalibrasi kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.



Gambar 4. 24 Kurva Kalibrasi Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Berdasarkan Gambar 4.24 menunjukkan bahwa dari kurva kalibrasi tersebut diperoleh persamaan garis yaitu $y = 0.0385x + 0.0435$ dengan nilai r sebesar 0,99805 dan nilai r sebesar 0,9961. Dengan nilai intersep sebesar 0,0435. Berdasarkan nilai koefisien korelasi yang telah diperoleh menunjukkan bahwa semua titik terletak pada garis lurus dimana lerengnya bernilai positif karena nilai r mendekati +1, hal ini menandakan bahwa terdapat hubungan yang erat antara konsentrasi dengan absorbansi. Sedangkan nilai koefisien determinasi (r^2) yang diperoleh menunjukkan bahwa data tersebut memiliki linearitas yang baik. Hal ini sesuai dengan hukum

Lambert-Beer yaitu $A = a.b.c$, dimana absorbansi (A) berbanding lurus dengan konsentrasi (c).

Uji t dilakukan pada kurva kalibrasi yang bertujuan agar mendukung selang kepercayaan penggunaan kurva kalibrasi. Dimana hipotesis awal H_0 menyatakan tidak adanya korelasi antara konsentrasi dan absorbansi. H_0 ditolak jika nilai $t_{hitung} > t_{tabel}$ dan H_0 diterima jika nilai $t_{hitung} < t_{tabel}$. Dengan nilai derajat kebebasan = 5 dan selang kepercayaan 95 % dengan nilai t_{tabel} sebesar 3,18 (Lampiran H). Nilai t_{hitung} yang diperoleh sebesar 27,68 (Lampiran G.2.3). Nilai t_{hitung} dibandingkan dengan nilai t_{tabel} , sehingga diketahui bahwa nilai $t_{hitung} > t_{tabel} = 27,68 > 3,18$. Sehingga dapat dikatakan bahwa H_0 ditolak dan H_1 diterima karena adanya korelasi linier antara konsentrasi Fe^{3+} dengan absorbansi.

Akurasi merupakan ukuran perbedaan antara harapan hasil tes dan nilai referensi yang diterima karena metode sistematis dan kesalahan laboratorium. Akurasi juga dapat digambarkan sampai sejauh mana hasil tes yang dilakukan oleh metode (Rajendra, 2014). Akurasi menunjukkan derajat kedekatan hasil yang diperoleh dengan hasil yang sebenarnya dan biasanya dinyatakan sebagai persentase perolehan kembali. Sehingga dari masing-masing kurva kalibrasi yang dihasilkan dapat ditentukan persen perolehan kembali nya dengan menggunakan persamaan garis yang dihasilkan. Perhitungan perolehan kembali yang dapat diterima berada pada range antara 80-120 %. Tabel 4.4 merupakan hasil perhitungan persen perolehan kembali dari kurva kalibrasi pereduksi $Na_2S_2O_3$.

Tabel 4. 4 Data persen perolehan kembali dari Fe(III) dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Variasi Konsentrasi Pereduksi (ppm)	% Perolehan Kembali
5	58.90756303
7	61.21848739
9	68.78151261
11	87.68907563
13	67.5210084

Berdasarkan tabel 4.4, konsentrasi optimum pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ berada pada konsentrasi 11 ppm, sehingga dari konsentrasi optimum tersebut diperoleh persen perolehan kembali untuk mereduksi Fe^{3+} sebesar 87,689%. Sehingga dapat dikatakan bahwa pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ baik digunakan untuk pengukuran selanjutnya. Selanjutnya tabel 4.5 merupakan hasil perhitungan persen Perolehan Kembali dari kurva kalibrasi pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$.

Tabel 4.5 Data persen perolehan kembali dari Fe(III) dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

Variasi Konsentrasi Pereduksi (ppm)	% Perolehan Kembali
5	87.14151828
6	91.26522962
7	98.38800375
8	116.0074977
9	137.1883786
10	140.9372071
11	144.873477
12	138.3130272

Berdasarkan tabel 4.5, konsentrasi optimum pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ berada pada konsentrasi 8 ppm, sehingga dari konsentrasi optimum tersebut diperoleh persen perolehan kembali untuk mereduksi Fe^{3+} sebesar 116,007%. Sehingga dapat dikatakan bahwa pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ baik digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

Selanjutnya tabel 4.6 merupakan hasil perhitungan persen perolehan kembali dari kurva kalibrasi pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Tabel 4. 6 Data persen perolehan kembali dari Fe(III) dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Variasi Konsentrasi Pereduksi (ppm)	% Perolehan Kembali
10	69.3506494
11	77.1428571
12	85.974026
13	77.1428571
14	62.5974026

Berdasarkan tabel 4.6, konsentrasi optimum pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ berada pada konsentrasi 12 ppm, sehingga dari konsentrasi optimum tersebut diperoleh persen perolehan kembali untuk mereduksi Fe^{3+} sebesar 85,974%. Sehingga dapat dikatakan bahwa pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ cukup baik digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa analisa besi dengan pengompleks orto fenantrolin dan pereduksi natrium tiosulfat, hidroksilamin hidroklorida dan natrium oksalat menggunakan spektrofotometer UV-Vis dapat membentuk kompleks berwarna merah jingga dengan panjang gelombang 510 nm. Pereduksi terbaik untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} adalah hidroksilamin hidroklorida dengan konsentrasi optimum sebesar 8 ppm dengan waktu pendiaman selama 15 menit pada kondisi pH 4,5 dengan persen perolehan kembali sebesar 116,007 %. Selanjutnya pereduksi terbaik kedua yaitu natrium tiosulfat dengan konsentrasi optimum sebesar 11 ppm dengan waktu pendiaman selama 15 menit pada kondisi pH 4.5 dengan persen perolehan kembali sebesar 87,689%. Sedangkan konsentrasi optimum natrium oksalat sebesar 12 ppm dengan waktu pendiaman selama 45 menit pada kondisi pH 5,0 dengan persen perolehan kembali sebesar 85,974%.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Abbaspour, A. et al., 2006. Speciation of iron (II), iron(III) and full range pH monitoring using paptode : A simple colorimetric method as an appropriate alternative for optodes. *Sens, Actuat .B-Chem*, Volume 113, pp. 857-865.
- Achmad, K., 2000. *Validasi Metode Uji*. Jakarta: Pusat Standarisasi dan Akreditasi Laboratorium BSN.
- Adeeyinwo, C. & O.N, 2013. Basic Calibration of UV/Visible Spectrophotometer. *International Journal of Science and Technology*, Volume 2, pp. 247-251.
- Alas, S. & Amin, A., 2008. Utility of solid phase spectrophotometry for determination of dissolved iron(III) and iron (II) using 2,3-dichloro-6-(3-carboxy-2-hydroxy-1-naphthylazo) quinoxaline. *Journal of Talanta*, pp. 1241-1245.
- American Chemical Society, 2000. *American Chemical Society Specifications-Reagent Chemicals*. 9th penyunt. New York: Oxford University Press.
- Amonette, J. & C.T, 1998. Improvements to The Quantitative Assay of Non Refractory Mineral for Fe(II) and Total Fe Using 1,10 Fenantrolin. *Journal of Clays and Clay Mineral* , Volume 46, pp. 51-62.
- Andreana, 2013. Pengaruh Penambahan Al^{3+} dalam Penentuan Analisa Fe^{3+} pada pH 4, dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin secara Spektrofotometri Sinar Tampak. *Journal Sains dan Seni POMITS*.

- Arsyad, M., 2000. *Kamus Kimia : Arti dan Penjelasan Istilah*. Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama.
- Atkins, P., 1999. *Physical Chemistry*. London: Oxford University Press.
- Atmajadiningrum, I., 2014. Pengaruh Penambahan Ion K⁺ Dalam Analisis Besi (III) Dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin Pada pH 4,5 Secara Spektrofotometri UV-Vis. *Tugas Akhir Kimia ITS*.
- Butler, J. M., 2005. *Validation Overview*. s.l.:National Institute of Standards and Technology (NIST).
- Cotton, F. & Wilkinson, G., 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: UI-Press.
- D.C Haris, 2003. Dalam: *Determination of Iron with 1,10-Phenanthroline* , in : *Quantitative Chemical Analysis*. New York: W.H. Freeman and Company, pp. 258-261 , 407-422 , 461-476 , 707-709.
- David W, O., H.P, G. & Norman H., N., 2003. *Prinsip-prinsip Kimia Modern Edisi Keempat Jilid 2*. Jakarta: Erlangga.
- Day, R. & A.L, U., 1989. *Kimia Analisa Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Day, R. & A.L, U., 1998. *Kimia Analisa Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Day, R. & A.L, U., 1999. *Kimia Analisa Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Day, R. & A.L, U., 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. 6th penyunt. Jakarta: Erlangga.

- Day, R. & Underwood, A., 1992. *Analisa Kimia Kuantitatif*. 5th penyunt. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Dwining Pangastuti, D., 2017. Perbandingan Kondisi Optimum Pereduksi Natrium Tiosulfat dan Hidroksilamin Hidroklorida Pada Analisa Total Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis. *Skripsi Jurusan Kimia ITS*.
- Fessenden, R. & Fessenden, J., 1982. *Kimia Organik*. 3th penyunt. Jakarta: Erlangga.
- Fisiana, A., 2012. Perbandingan kemampuan pereduksi natrium tiosulfat($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dengan timah(II) klorida (SnCl_2) pada analisa kadar total besi secara spektrofotometer UV-Vis. *Skripsi Jurusan Kimia ITS*.
- Gandjar, I. & Rohman, A., 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Grotti, M., Soggia, F., Ardini, F. & Frache, R., 2009. Determination of sub-nanomolar levels of iron in sea water using reaction cell inductively coupled plasma mass spectrometry after $\text{Mg}(\text{OH})_2$ coprecipitation. *J. Anal Atom Spectrom*, Volume 24, pp. 522-527.
- Hamilton, S. E., Pielage, P. J. & Fasset, R. G., 1999. *Emergency Medicine Australasia*.
- Hapsoro, R. A., 2011. Perbandingan Kemampuan Pereduksi Natrium Tiosulfat dan Kalium Oksalat pada Analisa Kadar Total Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis. *Prosiding Tugas Akhir Jurusan Kimia FMIPA ITS*.
- Harmita, 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. s.l.:Majalah Kefarmasian.

- Huheey, J. E., 1993. *Inorganic Chemistry : Principles of Structure and Reactivity*. 4th penyunt. s.l.:Harper Collins College.
- I.M, K. & R, B., 1957. *Volumetric Analysis , Volume III Titration Methods; Oxidation-Reduction Reactions*. New York: Interseience Publications ,Inc.
- Ibrahim, S., 2007. *Makalah Pengembangan dan Validasi Metode Analisis*. Bandung: Sekolah Farmasi ITB.
- Itodo, A., Abdullahi, U., Saliha, B. & Happiness, U., 2012. Color Matching Estimation of Iron Concentration in Branded Iron Supplements Marketed in Nigeria. *Advances in Analytic Chemistry*, Volume 1, pp. 16-23.
- Latif Elci, A., 2008. Solid phase extraction method for the determination of iron, lead and chromium by atomic absorption spectrometry using Amberlite XAD-2000 column in various water samples. *Journal of Hazardous Materials*, pp. 454-461.
- Lazic, D. et al., 2010. Stability of Tris 1,10 Phenanthroline Iron(II) Complex in Different Composites. *Journal of Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*, Volume 16, pp. 193-198.
- Liyana, D. E., 2011. Optimasi pH Buffer Dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) Dengan Timah Klorida (SnCl_2) dalam Penentuan Kadar Besi Secara Spektrofotometri Visible. *Tugas Akhir Jurusan Kimia , Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya*.
- Malik, A., 2000. Direct Spectrophotometric Determination of Ferban (Iron(III) dimetyldithiocarbamate) in Commercial Sample and Wheat Grains using 4,7-Diphenyl -1,1-

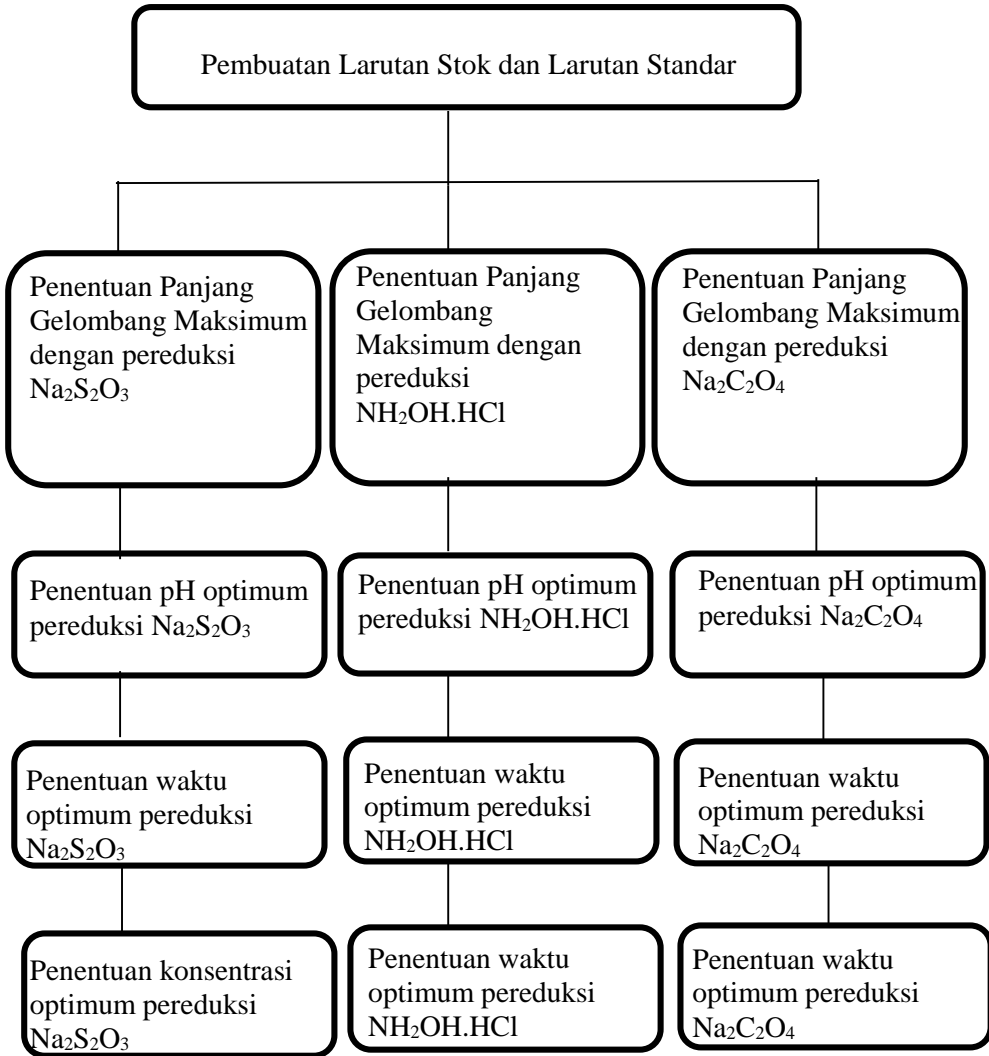
- phenantroline. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, Volume 48, pp. 5808-5811.
- Mathew S.Fox, J., 2015. An Algebraic Derivation of Buffer Capacity. *Journal of Chemical Education* , pp. 124-126.
- Mikkelsen, O., Van den Berg, C. & Schroder, K., 2006. Determination of labile iron at low nmol L⁻¹ levels in estuarine and coastal waters by anodic stripping voltametry. *Electro analysis*, Volume 18, pp. 35-43.
- Miller, J. & Miller, J., 1991. *Statistik Untuk Kimia Analitik Kedua*. Bandung: ITB.
- Miller, J. & Miller, J., 2010. *Statistic and Chemometrics for Analytical Chemistry Sixth Edition*. 6th penyunt. England: Pearson Education Limited.
- Moliner , N. et al., 2001. Inorganic Chemistry. Volume 40, pp. 3986-3991.
- Mulja, M. & Suharman, 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya: Universitas Airlangga Press.
- Mulya, M., 1998. *Validasi Metode Analisa Instrumentasi*. Surabaya: Lab Farmasi Fakultas Farmasi UNAIR.
- Ningsih, I. & H.L. Musa R, M., 2013. Optimasi Pengukuran Besi dengan Pereduksi Tiosianat dan 1,10 fenantrolin serta Gangguan Beberapa Ion secara Aspek Spektrofotometri Sinar Tampak. *Skripsi Jurusan Kimia FMIPA Unhas Makasar*.
- Novita Sari, D., 2015. Studi Gangguan Mg(II) dalam Analisa Besi (II) dengan Pengompleks Orto Fenantrolin Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. *Journal Sains dan Seni ITS*.

- Oktavia & Budhi, 2008. Simultaneous Determination of Fe(III) and Fe(II) Ions Via Complexation with Salicylic Acid and 1,10Phenanthroline in Microcolumn Ion Chromatography. *Journal of Analytical Science* , Volume 24, pp. 1487-1492.
- Oxtoby, D., Gillis, H. & Nachtrieb, N., 2003. *Prinsip-Prinsip Kimia Modern*. Edisi Keempat Jilid 2 penyunt. Jakarta: Erlangga.
- Oxtoby, D., Gillis, H. & Nachtrieb, N. H., 2001. *Prinsip-Prinsip Kimia Modern Jilid 1*. Jakarta: Erlangga.
- Partington, J., 1975. *A Text Book of Inorganic Chemistry*. London: Macmillan and Co Ltd.
- Pehlivan, E. & Kara, D., 2007. Iron Speciation by solid phase extraction and flame atomic absorption spectrometry using N,N'-bis-(2-hydroxy-5-bromobenzyl)-2-hydroxy-1,3-diiminopropane.. *Microchim,Acta*, Volume 158, pp. 137-144.
- Puspaningtyas, A., 2004. Optimasi pH Buffer Asetat dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dalam Penentuan Kadar Besi secara Spektrofotometri UV-Vis. *Skripsi Jurusan Kimia FMIPA ITS*.
- Rahayu , W., Asmiyenti, D. & Fauziah, 2007. Validasi Penetapan Kadar Besi dalam Sediaan Tabler Multivitamin dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis. *Pharmacy*, Volume 05.
- Rajendra, T., 2014. Review on Analytical Method Development and Validation Journal of Pharmaceutical Analysis. pp. 1-10.
- Riyanto, 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji*. Yogyakarta: Deepublish.

- Roncevic, S. & Steffan, I., 2004. Characterization of hypernated HPI/ICP-OES system response for iron speciation in natural waters. *Atom Spectrosc*, Volume 25, pp. 125-132.
- Saito, T., 1996. *Inorganic Chemistry*. Tokyo: Iwanami Shoten.
- Schelfler, W. C., 1978. *Statistika Untuk Biologi , Farmasi , Kedokteran, dan Ilmu yang bertautan*. Bandung: ITB Press.
- Sisca Dianawati, D., 2013. Studi Gangguan Ag(I) dalam Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Vis. *Journal Sains dan Seni ITS*.
- Skoog D.A, West D.M & Crouch S.R, 2002. *Analytical Chemistry : An Introduction 7th* . Dalam: USA: Mc. Graw Hill Company.
- Skoog, D., Holler, E. & Crouch, S., 2007. *Principles of Instrumen Analysis*. USA: Thomson Higher Education.
- Sugiarso, D. et al., 1999. *Kimia Analitik I*. Surabaya: ITS Press.
- Sugiyarto , K. & Retno, D., 2010. *Kimia Anorganik Logam*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Sugiyarto, K., 2012. *Dasar-Dasar Kimia Anorganik Transisi*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- T, T., A, T., S, K. & A, M., 1993. *Anal Sci*, Volume 9, pp. 455-457.
- Vogel, 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. 2nd penyunt. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.

- Wang, S., 2015. Studi Gangguan Cu^{2+} pada Analisa Besi (III) dengan Pengompleks 1,10 Fenantrolin pada pH 3,5 Secara Spektrofotometri UV-Vis. *Tugas Akhir Kimia ITS*.
- Xiong , C., Jiang, Z. & Hu, B., 2006. Speciation of dissolve Fe(II) and Fe(III) in environmental water samples by micro-column packed with N-benzoyl-N-phenyl hydroxylamine loaded on microcrystalline naphthalene and determination by electro thermal vaporization inductively coupled plasma. *Anal,Chim,Acta*, Volume 559, pp. 113-119.

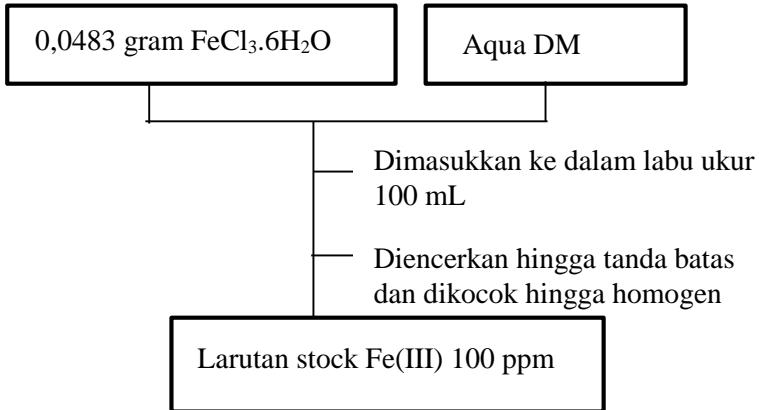
Lampiran A
LANGKAH PENELITIAN



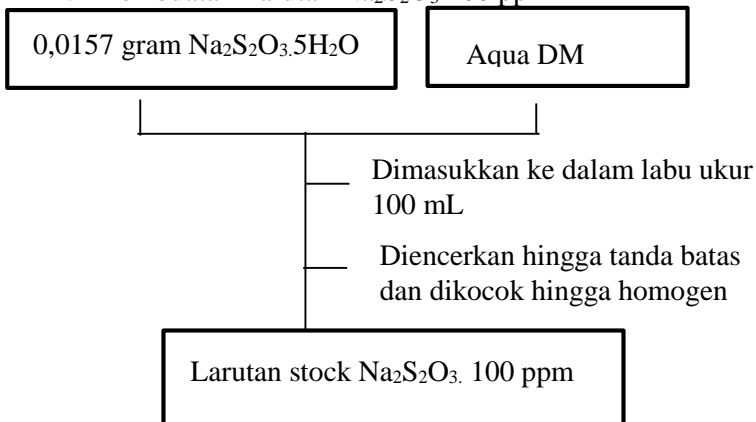
Lampiran B

SKEMA KERJA

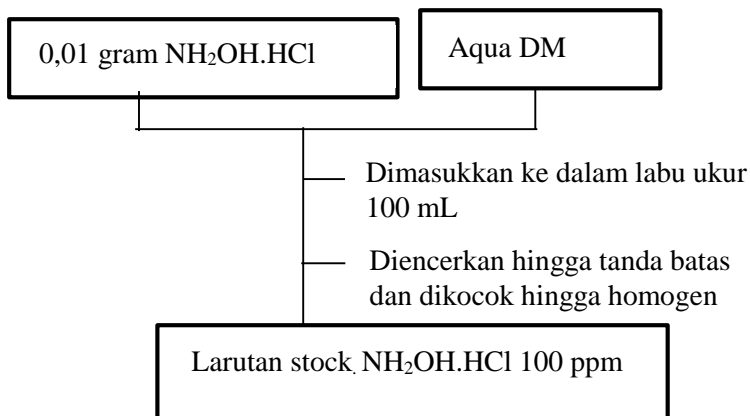
B. 1 Pembuatan Larutan Standar Fe^{3+} 100 ppm



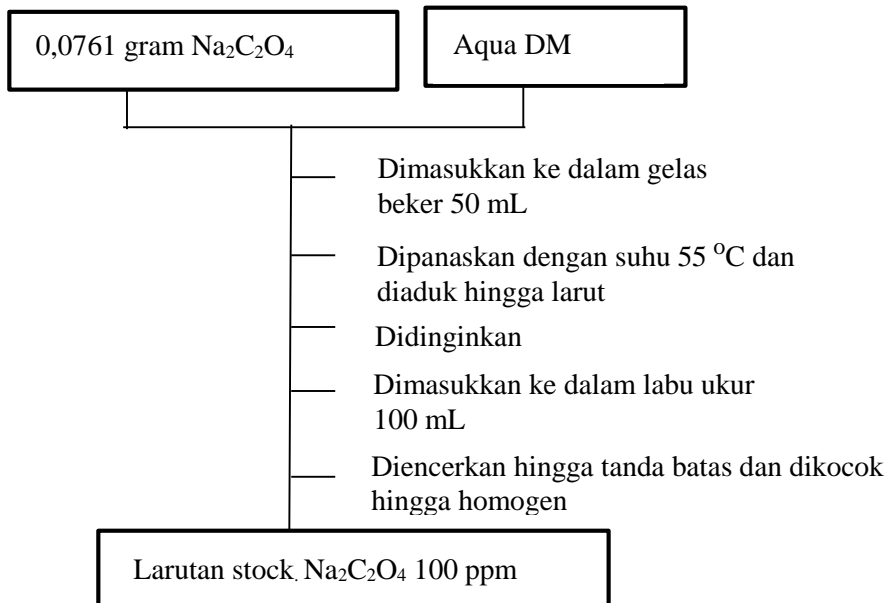
B. 2 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm



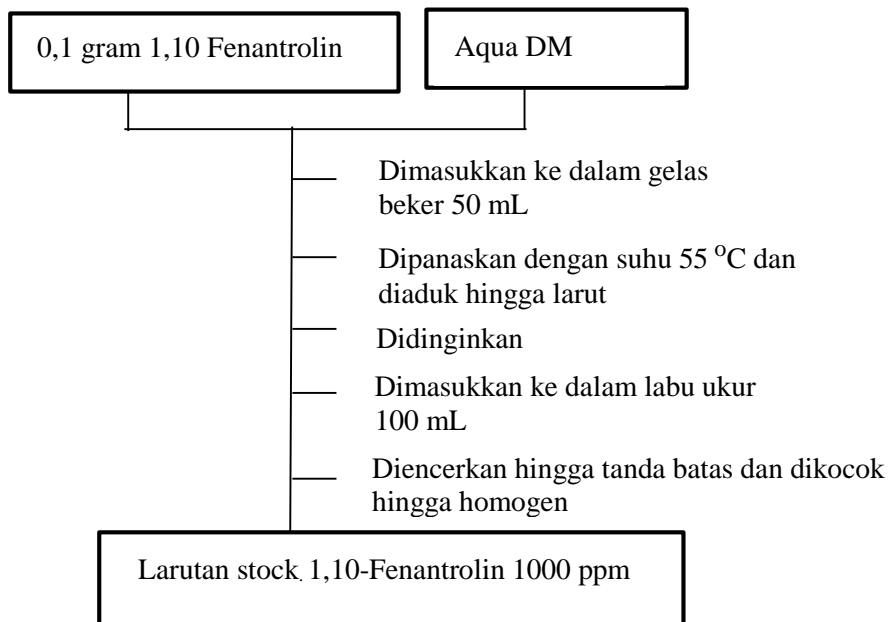
B. 3 Pembuatan Larutan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm



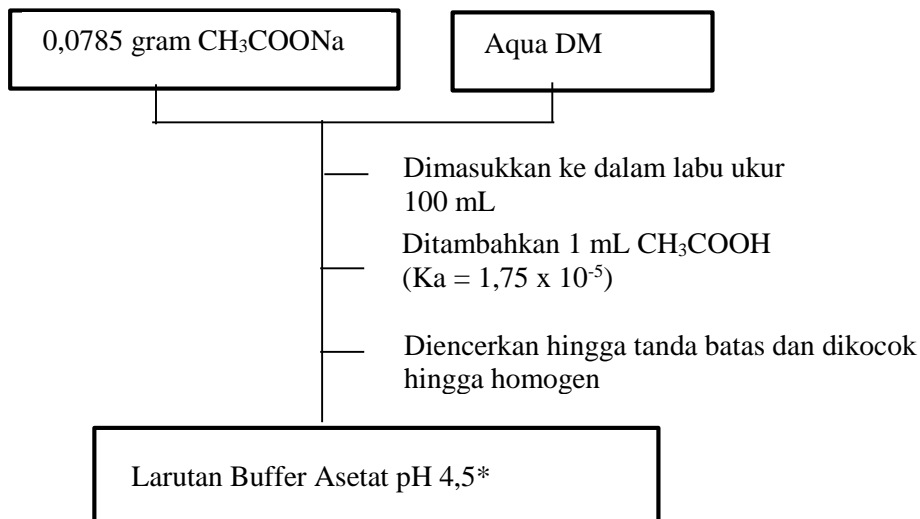
B. 4 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 500 ppm



B. 5 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

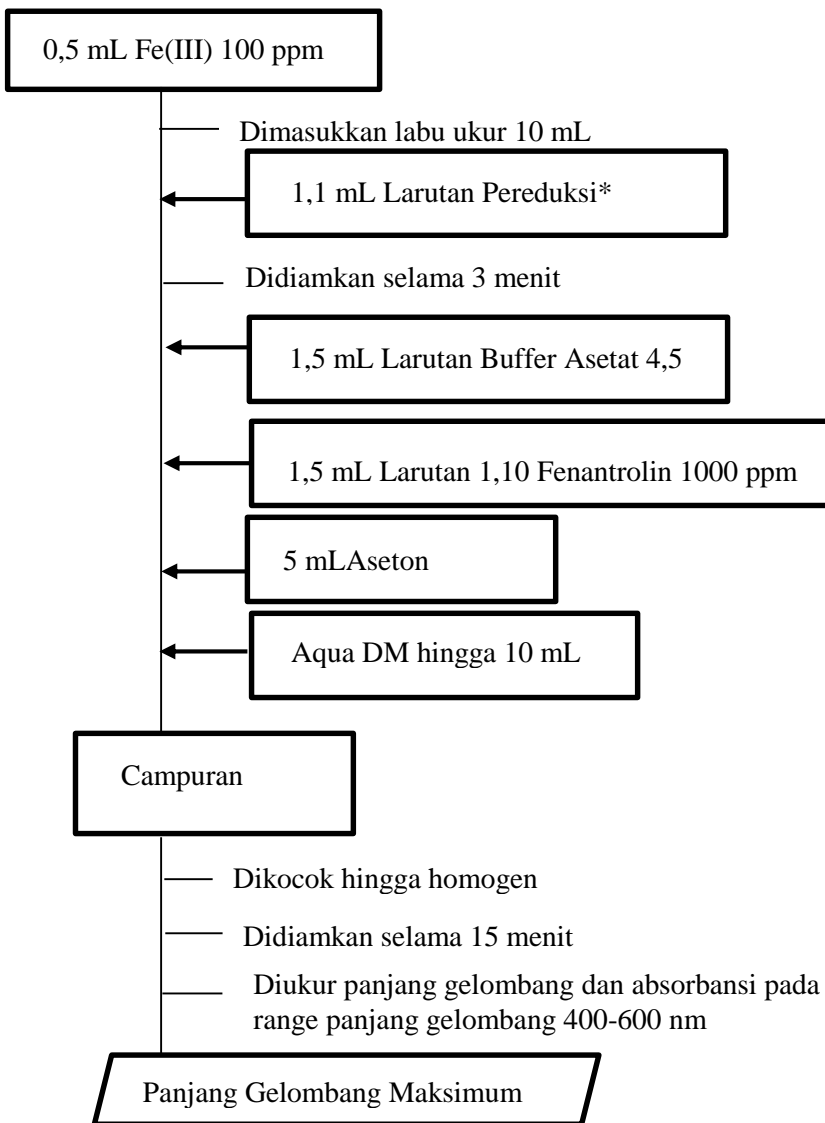


B. 6 Pembuatan Larutan Buffer Asetat



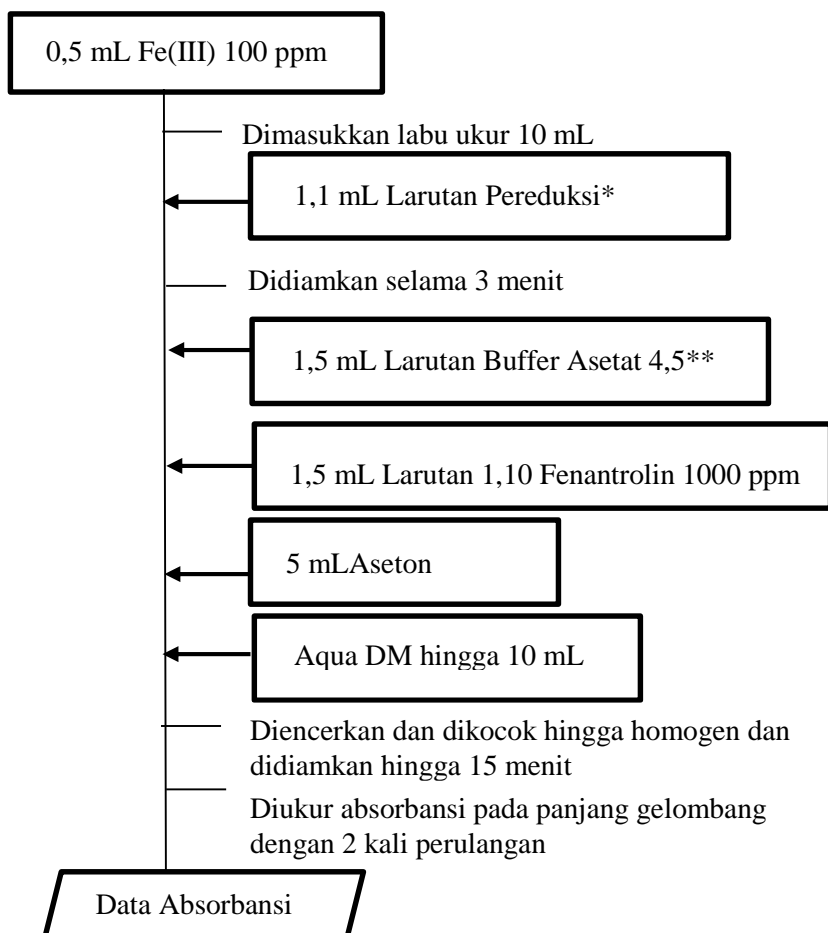
*) dibuat variasi pH pada 3; 3,5 ; 4 ; 4,5 ; 5 ; 5,5 ; dan 6.
Perhitungan dapat dilihat pada lampiran C

B. 7 Penentuan panjang Gelombang Maksimum



*) pereduksi yang digunakan adalah larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCL}$ dan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (untuk pereduksi ini didiamkan selama 45 menit, dan sebelumnya dilakukan pemanasan terlebih dahulu selama 15 menit).

B. 8 Penentuan pH Optimum



*) pereduksi yang digunakan adalah larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH.HCL}$ dan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (untuk pereduksi ini didiamkan selama 45 menit, dan sebelumnya dilakukan pemanasan terlebih dahulu selama 15 menit)

**) dilakukan pula untuk larutan buffer asetat dengan variasi pH 3 ; 3,5 ; 4 ; 4,5 ; 5 ; 5,5 ; dan 6

Data absorbansi dari pH optimum dari pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

pH	A1	A2	rata-rata
4	0.261	0.261	0.261
4.5	0.305	0.306	0.306
5	0.257	0.257	0.257
5.5	0.224	0.224	0.224
6	0.151	0.152	0.152

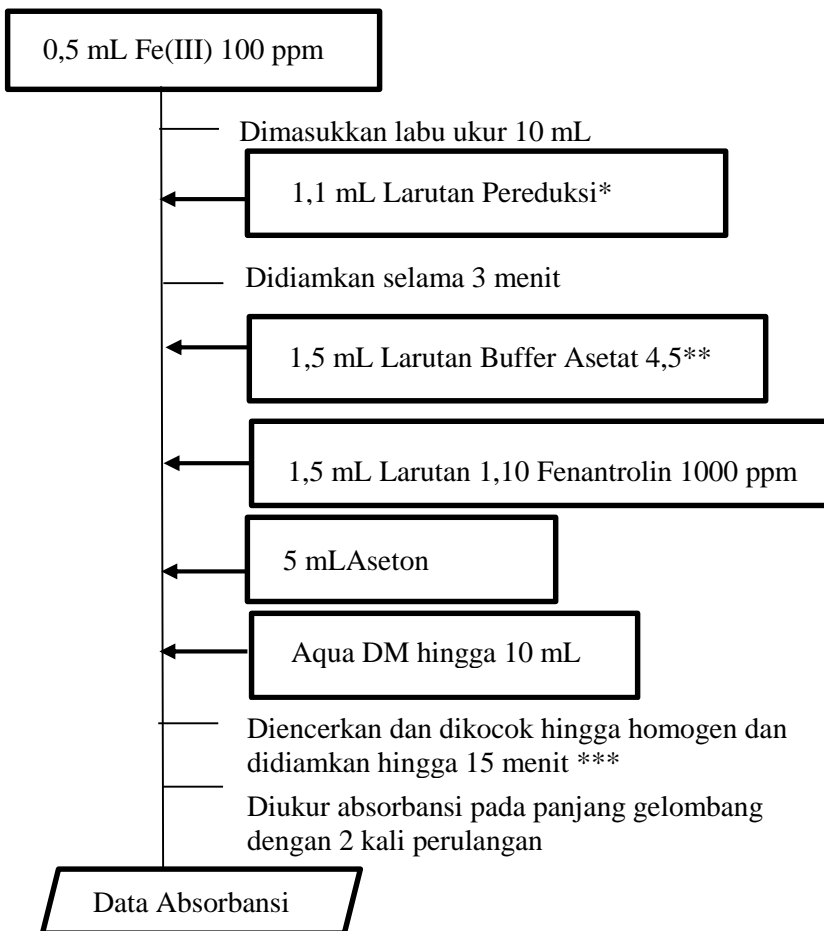
Data absorbansi pH optimum dari pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCL}$

pH	A1	A2	rata-rata
3	0.591	0.591	0.591
3.5	0.619	0.619	0.619
4	0.62	0.62	0.62
4.5	0.632	0.632	0.632
5	0.572	0.572	0.572

Data absorbansi pH optimum dari pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

pH	A1	A2	rata -rata
4	0.225	0.226	0.226
4.5	0.242	0.243	0.243
5	0.267	0.268	0.268
5.5	0.129	0.13	0.13
6	0.065	0.063	0.064

B. 9 Penentuan waktu optimum



*) pereduksi yang digunakan adalah larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCL}$ dan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (untuk pereduksi ini didiamkan selama 45 menit, dan sebelumnya dilakukan pemanasan terlebih dahulu selama 15 menit).

**) pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH.HCL}$ dilakukan pada kondisi optimum buffer asetat pH 4,5 dan pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ dilakukan pada kondisi optimum buffer asetat pH 5.

***) dilakukan variasi pendiaman sebelum pengukuran yakni 0 ; 15 ; 30 ; 45 ; 60 menit (untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCL}$ dan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) sedangkan variasi pendiaman sebelum pengukuran yakni 0 ; 5 ; 10 ; 15 ; 20 ; 25 ; 30 menit untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Data absorbansi waktu optimum dari pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

waktu (menit)	A1	A2	rata-rata
0	0.217	0.217	0.217
5	0.234	0.234	0.234
10	0.24	0.24	0.24
15	0.281	0.281	0.281
20	0.278	0.278	0.278
25	0.23	0.23	0.23
30	0.227	0.227	0.227

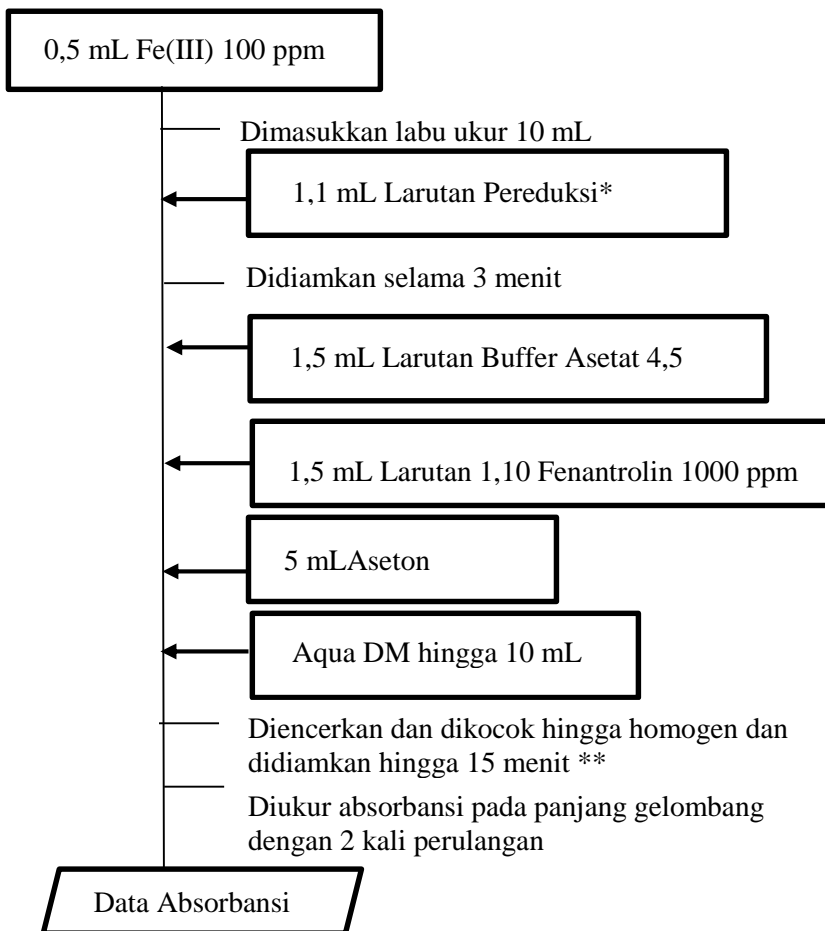
Data absorbansi waktu optimum dari pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

waktu	A1	A2	rata-rata
0	0.566	0.566	0.566
15	0.799	0.798	0.799
30	0.68	0.68	0.68
45	0.626	0.625	0.63
60	0.572	0.572	0.572

Data absorbansi waktu optimum dari pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

waktu	A1	A2	rata-rata
0	0.138	0.138	0.138
15	0.158	0.159	0.159
30	0.177	0.178	0.178
45	0.215	0.216	0.216
60	0.116	0.118	0.117

B. 10 Penentuan Konsentrasi Optimum



*) Pereduksi yang digunakan adalah larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCL}$ dan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (untuk pereduksi ini didiamkan selama 45 menit, dan sebelumnya dilakukan pemanasan terlebih dahulu selama 15 menit).

Dilakukan variasi konsentrasi pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yakni 5 ; 7; 9 ; 11 ;dan 13 ppm. Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCL}$ dilakukan variasi konsentrasi yakni 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, dan 12 ppm. Pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ dilakukan variasi konsentrasi yakni 10 ; 11 ; 12 ; 13 dan 14 ppm.

**) waktu pendiaman untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH.HCL}$ selama 15 menit dan untuk waktu pendiaman pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ selama 45 menit.

Data absorbansi konsentrasi optimum dari pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

konsentrasi (ppm)	A1	A2	rata-rata
5	0.243	0.243	0.243
7	0.254	0.254	0.254
9	0.289	0.29	0.29
11	0.38	0.38	0.38
13	0.284	0.283	0.284

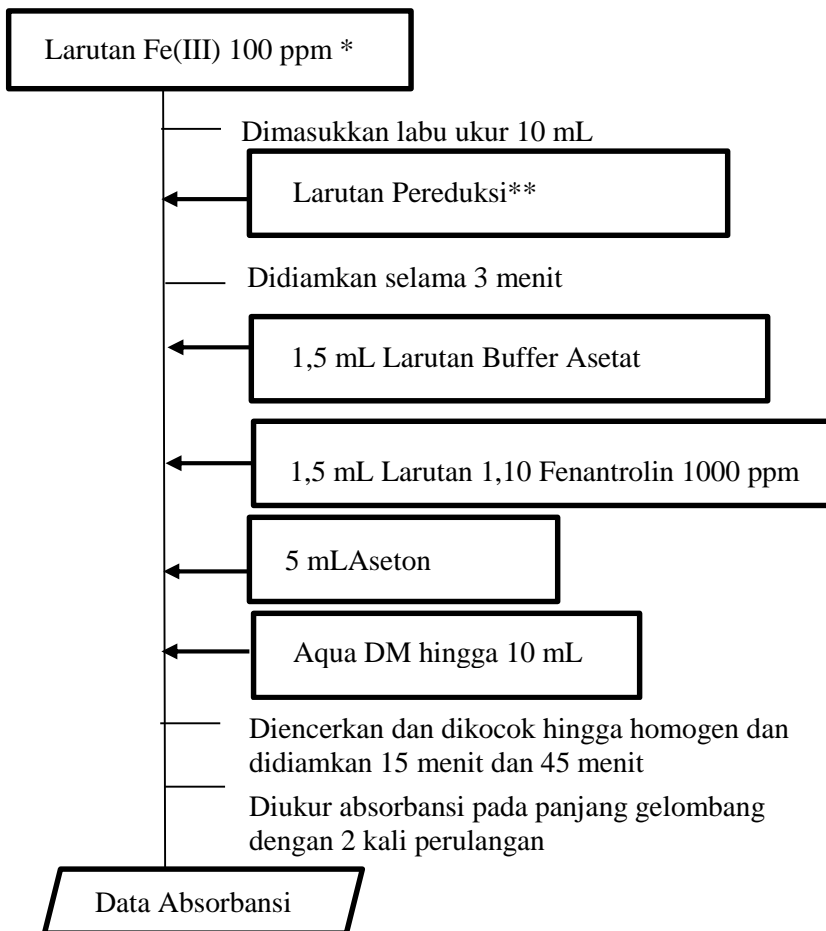
Data absorbansi konsentrasi optimum dari pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCL}$

konsentrasi (ppm)	A1	A2	rata-rata
5	0.539	0.539	0.539
6	0.561	0.561	0.561
7	0.599	0.6	0.6
8	0.693	0.693	0.693
9	0.806	0.806	0.806
10	0.826	0.826	0.826
11	0.847	0.847	0.847
12	0.812	0.812	0.812

Data absorbansi konsentrasi optimum dari pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

konsentrasi (ppm)	A1	A2	rata-rata
10	0.176	0.177	0.177
11	0.192	0.192	0.192
12	0.208	0.21	0.209
13	0.191	0.192	0.192
14	0.164	0.163	0.164

B. 11 Pembuatan Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin



*) Larutan Fe(III) divariasi yakni 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5 mL untuk mendapatkan konsentrasi 1 ; 2 ; 3 ; 4; dan 5 ppm

**) 1,1 mL untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; 0,8 mL untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dan 0,24 mL untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

Data kurva kalibrasi dari Fe(III) dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

konsentrasi (ppm)	A1	A2	rata-rata
1	0.061	0.061	0.061
2	0.16	0.16	0.16
3	0.23	0.231	0.23
4	0.346	0.346	0.346
5	0.444	0.444	0.444

Data kurva kalibrasi dari Fe(III) dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$

konsentrasi (ppm)	A1	A2	rata-rata
1	0.168	0.168	0.168
2	0.298	0.298	0.298
3	0.401	0.401	0.401
4	0.507	0.507	0.507
5	0.597	0.597	0.597

Data kurva kalibrasi dari Fe(III) dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

konsentrasi Fe(III)	A1	A2	rata-rata
1	0.078	0.078	0.078
2	0.124	0.124	0.124
3	0.16	0.161	0.16
4	0.201	0.201	0.201
5	0.232	0.232	0.232

Lampiran C

PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

C. 1 Pembuatan Larutan Fe^{3+} 100 ppm

Larutan standar Fe^{3+} 100 ppm dibuat dari padatan kristal $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan dengan aqua DM dalam labu ukur 100 mL. Perhitungan berat $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat dilihat sebagai berikut.

$$\frac{x}{100 \text{ mL}} = \frac{100 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

$$x = \frac{100 \text{ mL} \cdot 100 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

$$x = 10 \text{ mg}$$

$$\text{massa Fe (III)} = 0,01 \text{ mg}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{Mr \text{ FeCl}_3}{Ar \text{ Fe(III)}} \times \text{massa Fe(III)} \\ &= \frac{270,3}{56} \times 0,01 \text{ gram} \\ &= 0,0483 \text{ gram} \end{aligned}$$

Sehingga banyaknya $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang harus ditimbang untuk memperoleh larutan Fe^{3+} 100 ppm dalam 100 mL sebesar 0.0483 gram. Larutan kerja yang digunakan adalah larutan standar Fe^{3+} sebesar 5 ppm yang dibuat dengan mengencerkan larutan stock Fe^{3+} 100 ppm dalam labu ukur 10 mL. Berikut merupakan perhitungannya :

$$M1 \cdot V1 = M2 \cdot V2$$

$$100 \text{ ppm} \cdot V1 = 5 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V1 = 0.5 \text{ mL}$$

Keterangan :

V1 merupakan volume larutan stock Fe^{3+} 100 ppm yang diambil
 V2 merupakan volume larutan standar Fe^{3+} yang digunakan
 M1 merupakan konsentrasi larutan stock Fe^{3+} 100 ppm
 M2 merupakan konsentrasi larutan standar Fe^{3+} yang digunakan

C. 2 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

Larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm dibuat dari padatan kristal $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan dengan aqua DM dalam labu ukur 100 mL. Perhitungan berat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dapat dilihat sebagai berikut.

$$\begin{aligned}\frac{x}{100 \text{ mL}} &= \frac{100 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \\ x &= \frac{100 \text{ mL} \cdot 100 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \\ x &= 10 \text{ mg} \\ \text{massa } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 &= 0,01 \text{ mg}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 &= \frac{Mr \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{Ar \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \text{massa } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \\ &= \frac{248}{158} \times 0.01 \text{ gram} \\ &= 0.0157 \text{ gram}\end{aligned}$$

Adapun larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dilakukan variasi konsentrasi yakni 8 ; 9; 10 ; 11; dan 12 ppm. Berikut merupakan perhitungannya

$$\begin{aligned}M1 \cdot V1 &= M2 \cdot V2 \\ 500 \text{ ppm} \cdot V1 &= 8 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL} \\ V1 &= 0.8 \text{ mL}\end{aligned}$$

Table C.1 Tabel volume $Na_2S_2O_3$ yang diambil

Konsentrasi Larutan $Na_2S_2O_3$ (ppm)	Volume ambil larutan $Na_2S_2O_3$ (mL)
5	0,5
7	0,7
9	1,0
11	1,1
13	1,3

C. 3 Pembuatan Larutan $NH_2OH.HCl$ 100 ppm

Larutan standar $NH_2OH.HCl$ 100 ppm dibuat dari padatan kristal $NH_2OH.HCl$ yang dilarutkan dengan aqua DM dalam labu ukur 100 mL. Perhitungan berat $NH_2OH.HCl$ dapat dilihat sebagai berikut.

$$\frac{x}{100 \text{ mL}} = \frac{100 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

$$x = \frac{100 \text{ mL} \cdot 100 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

$$x = 10 \text{ mg}$$

$$\text{massa } NH_2OH.HCl = 0,01 \text{ mg}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa } NH_2OH.HCl &= \frac{Mr \text{ } NH_2OH.HCl}{Ar \text{ } NH_2OH.HCl} \times \text{massa } NH_2OH.HCl \\ &= \frac{69.5}{69.5} \times 0.01 \text{ gram} \\ &= 0.01 \text{ gram} \end{aligned}$$

Adapun larutan $NH_2OH.HCl$ dilakukan variasi konsentrasi yakni 5 ; 6 ; 7 ; 8 ; 9; 10 ; 11; dan 12 ppm. Berikut merupakan perhitungannya

$$M1.V1 = M2.V2$$

$$100 \text{ ppm} \cdot V_1 = 8 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0.8 \text{ mL}$$

Table C.2 Tabel volume $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ yang diambil

Konsentrasi larutan $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ (ppm)	Volume ambil larutan $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ (mL)
5	0,5
6	0,6
7	0,7
8	0,8
9	0,9
10	1,0
11	1,1
12	1,2

C. 4 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 500 ppm

Larutan standar $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 100 ppm dibuat dari padatan kristal $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ yang dilarutkan dengan aqua DM dalam labu ukur 100 mL. Perhitungan berat $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ dapat dilihat sebagai berikut.

$$\frac{x}{100 \text{ mL}} = \frac{500 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

$$x = \frac{100 \text{ mL} \cdot 500 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

$$x = 50 \text{ mg}$$

$$\text{massa } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = 0,05 \text{ mg}$$

$$\text{Massa } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = \frac{Mr \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{Ar \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} \times \text{massa } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$= \frac{134}{134} \times 0.05 \text{ gram}$$

$$= 0.05 \text{ gram}$$

Adapun larutan $Na_2C_2O_4$ dilakukan variasi konsentrasi yakni 10 ; 11; 12 ; 13; dan 14 ppm. Berikut merupakan perhitungannya

$$M1. V1 = M2. V2$$

$$500 \text{ ppm}. V1 = 10 \text{ ppm}. 10 \text{ mL}$$

$$V1 = 0.20 \text{ mL}$$

Table C.3 Tabel volume $Na_2C_2O_4$ yang diambil

Konsentrasi Larutan $Na_2C_2O_4$ (ppm)	Volume ambil larutan $Na_2C_2O_4$ (mL)
10	0,20
11	0,22
12	0,24
13	0,26
14	0,28

C. 5 Pembuatan larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm

Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dibuat dari padatan 1,10-fenantrolin anhidrat yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat 1,10-fenantrolin dapat dilihat sebagai berikut.

$$\frac{x}{100 \text{ mL}} = \frac{1000 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

$$x = \frac{100 \text{ mL} \cdot 1000 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

$$x = 100 \text{ mg}$$

$$\text{massa 1,10 – fenantrolin} = 0,1 \text{ mg}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa 1,10-fenantrolin} &= \frac{Mr \text{ C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2}{Ar \text{ C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2} \times \text{massa C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \\
 &= \frac{90}{90} \times 0.1 \text{ gram} \\
 &= 0.1000 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

C. 6 Pembuatan larutan Buffer Asetat pH 4,5

Larutan buffer asetat pH 4,5 dibuat dari padatan natrium asetat (CH_3COONa) yang dilarutkan dalam 5 mL asam asetat glasial (CH_3COOH) dan sejumlah aqua DM. Perhitungannya dapat dilihat berikut ini

- $\text{CH}_3\text{COOH } 99\% = 99 \% \times \rho \text{ CH}_3\text{COOH}$

$$= 0.99 \times 1,049 \text{ Kg/L}$$

$$= 1,039 \text{ Kg/L}$$

$$= 1039 \text{ g/L}$$

- $M \text{ CH}_3\text{COOH} = \frac{\text{gram}}{Mr}$
 $= \frac{1.039}{65.052}$
 $= 15,97$

- Larutan CH_3COOH dalam 100 mL

$$M1. V1 = M2. V2$$

$$1\text{mL}. 15,97 = M2. 100 \text{ mL}$$

$$M2 = 0,1597 \text{ M}$$

- $n \text{ CH}_3\text{COOH} = M \times V$
 $= 0,1597 \times 0,1 \text{ L}$
 $= 0,01597 \text{ mol}$

- n garam

$$[H^+] = k_a \times \left[\frac{n_{asam}}{n_{garam}} \right]$$

$$[10^{-4.5}] = 1,75 \times 10^{-5} \times \left[\frac{0,01597}{x} \right]$$

$$x = \frac{0,01597 \times 1,75 \times 10^{-5}}{10^{-4.5}}$$

$$x = 8,8377 \times 10^{-3}$$

- massa CH_3COONa

$$\text{massa} = n \text{ } CH_3COONa \times Mr \text{ } CH_3COONa$$

$$= 8,8377 \times 10^{-3} \times 82,03$$

$$= 0,7249 \text{ gram}$$

Selanjutnya dilakukan variasi pH 3 ; 3,5 ; 4 ; 5 ; 5,5 ; dan 6 dalam 100 mL dengan perhitungan yang sama. Berikut merupakan tabel hasil perhitungan variasi pH

Tabel C.4 Banyaknya CH_3COONa dan CH_3COOH yang dibutuhkan untuk 100 mL larutan

pH buffer	CH_3COONa (gram)	CH_3COOH (mL)
3	0,0229	1
3,5	0,0725	1
4	0,2292	1
4,5	0,7249	5
5	2,2886	1
5,5	0,7251	0,1
6	1,1463	0,05

Lampiran D
DATA ABSORBANSI PEMBUATAN PANJANG
GELOMBANG MAKSIMUM

D. 1 Penentusn Panjang Gelombang Maksimum Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Berikut merupakan hasil dari penelitian yang telah dilakukan. Sehingga diperoleh data sebagai berikut :

Table D.1 Data Penentuan Panjang gelombang maksimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Panjang Gelombang	A1	A2	Rata-rata
400	0.173	0.175	0.174
401	0.174	0.177	0.176
402	0.176	0.178	0.177
403	0.178	0.181	0.18
404	0.18	0.183	0.182
405	0.182	0.185	0.184
406	0.184	0.187	0.186
407	0.186	0.189	0.188
408	0.188	0.19	0.189
409	0.19	0.193	0.192
410	0.192	0.195	0.194
411	0.193	0.196	0.195
412	0.195	0.198	0.197
413	0.197	0.2	0.199
414	0.199	0.202	0.201

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat

415	0.2	0.204	0.202
416	0.202	0.205	0.204
417	0.204	0.207	0.206
418	0.206	0.209	0.208
419	0.207	0.21	0.209
420	0.209	0.212	0.211
421	0.211	0.214	0.213
422	0.212	0.215	0.214
423	0.213	0.217	0.215
424	0.215	0.218	0.217
425	0.216	0.219	0.218
426	0.218	0.221	0.22
427	0.219	0.222	0.221
428	0.22	0.224	0.222
429	0.222	0.225	0.224
430	0.223	0.227	0.225
431	0.224	0.228	0.226
432	0.226	0.229	0.229
433	0.227	0.231	0.229
434	0.228	0.232	0.23
435	0.229	0.233	0.231
436	0.231	0.234	0.233
437	0.232	0.235	0.234
438	0.233	0.236	0.235
439	0.233	0.237	0.235
440	0.234	0.238	0.236
441	0.236	0.239	0.238
442	0.236	0.24	0.238
443	0.237	0.241	0.239

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat

444	0.238	0.242	0.24
445	0.239	0.243	0.241
446	0.24	0.244	0.242
447	0.241	0.245	0.243
448	0.242	0.246	0.244
449	0.243	0.247	0.245
450	0.244	0.248	0.246
451	0.245	0.249	0.247
452	0.247	0.251	0.249
453	0.248	0.252	0.25
454	0.249	0.253	0.251
455	0.251	0.255	0.253
456	0.253	0.257	0.255
457	0.254	0.258	0.256
458	0.256	0.261	0.26
459	0.258	0.263	0.261
460	0.26	0.265	0.263
461	0.263	0.267	0.265
462	0.265	0.269	0.267
463	0.267	0.272	0.27
464	0.27	0.274	0.272
465	0.272	0.276	0.274
466	0.274	0.278	0.276
467	0.277	0.281	0.279
468	0.278	0.283	0.281
469	0.281	0.286	0.284
470	0.283	0.288	0.289
471	0.285	0.289	0.287
472	0.287	0.291	0.289

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat

473	0.288	0.294	0.291
474	0.29	0.294	0.292
475	0.292	0.296	0.294
476	0.293	0.298	0.295
477	0.293	0.298	0.295
478	0.294	0.299	0.296
479	0.295	0.3	0.297
480	0.296	0.301	0.298
481	0.297	0.302	0.3
482	0.297	0.302	0.3
483	0.297	0.302	0.3
484	0.298	0.303	0.301
485	0.298	0.303	0.301
486	0.299	0.303	0.301
487	0.299	0.304	0.302
488	0.299	0.304	0.302
489	0.3	0.305	0.303
490	0.301	0.305	0.303
491	0.301	0.306	0.304
492	0.302	0.306	0.304
493	0.303	0.308	0.306
494	0.304	0.308	0.306
495	0.305	0.309	0.307
496	0.306	0.31	0.308
497	0.307	0.312	0.31
498	0.307	0.313	0.31
499	0.309	0.313	0.311
500	0.31	0.315	0.313
501	0.312	0.316	0.314

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat

502	0.312	0.317	0.315
503	0.313	0.318	0.316
504	0.315	0.319	0.317
505	0.316	0.32	0.318
506	0.317	0.322	0.32
507	0.318	0.322	0.32
508	0.318	0.323	0.321
509	0.319	0.324	0.322
510	0.319	0.324	0.322
511	0.318	0.323	0.321
512	0.318	0.323	0.321
513	0.316	0.322	0.319
514	0.316	0.321	0.32
515	0.314	0.318	0.316
516	0.311	0.316	0.314
517	0.309	0.314	0.312
518	0.305	0.311	0.308
519	0.302	0.306	0.304
520	0.298	0.303	0.301
521	0.294	0.299	0.3
522	0.289	0.294	0.3
523	0.283	0.288	0.29
524	0.278	0.282	0.28
525	0.272	0.277	0.28
526	0.266	0.27	0.268
527	0.259	0.263	0.261
528	0.253	0.257	0.255
529	0.246	0.249	0.25
530	0.239	0.243	0.241

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat

531	0.232	0.236	0.234
532	0.224	0.228	0.226
533	0.215	0.219	0.217
534	0.208	0.211	0.21
535	0.201	0.205	0.203
536	0.192	0.195	0.2
537	0.184	0.187	0.19
538	0.176	0.179	0.18
539	0.168	0.171	0.17
540	0.159	0.162	0.161
541	0.15	0.153	0.152
542	0.144	0.147	0.15
543	0.138	0.14	0.139
544	0.129	0.132	0.131
545	0.123	0.126	0.125
546	0.116	0.118	0.12
547	0.109	0.111	0.11
548	0.103	0.105	0.104
549	0.097	0.099	0.098
550	0.091	0.093	0.092
551	0.085	0.087	0.086
552	0.08	0.082	0.081
553	0.075	0.077	0.076
554	0.07	0.072	0.071
555	0.065	0.067	0.066
556	0.062	0.063	0.063
557	0.058	0.058	0.058
558	0.053	0.054	0.054
559	0.05	0.051	0.051

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat

560	0.048	0.049	0.05
561	0.044	0.045	0.045
562	0.041	0.042	0.042
563	0.038	0.04	0.039
564	0.036	0.037	0.036
565	0.033	0.034	0.034
566	0.03	0.032	0.031
567	0.029	0.03	0.03
568	0.027	0.028	0.027
569	0.025	0.026	0.025
570	0.023	0.024	0.024
571	0.021	0.023	0.022
572	0.019	0.02	0.019
573	0.018	0.019	0.018
574	0.017	0.018	0.017
575	0.015	0.015	0.015
576	0.014	0.015	0.014
577	0.011	0.013	0.012
578	0.011	0.012	0.012
579	0.009	0.01	0.009
580	0.008	0.009	0.008
581	0.008	0.008	0.008
582	0.007	0.007	0.007
583	0.004	0.005	0.005
584	0.004	0.005	0.005
585	0.004	0.005	0.005
586	0.002	0.004	0.003
587	0.001	0.003	0.002
588	0.001	0.002	0.002

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat

589	0	0.001	0.001
590	0	0	0
591	-0.001	-0.002	-0.002
592	-0.002	-0.001	-0.002
593	-0.002	-0.001	-0.002
594	-0.003	-0.003	-0.003
595	-0.004	-0.003	-0.004
596	-0.004	-0.003	-0.004
597	-0.004	-0.003	-0.004
598	-0.004	-0.004	-0.004
599	-0.005	-0.004	-0.005
600	-0.006	-0.007	-0.006

D. 2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

Berikut merupakan hasil dari penelitian yang telah dilakukan. Sehingga diperoleh data sebagai berikut :

Table D.2 Data Penentuan Panjang gelombang maksimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

panjang gelombang	A1	A2	rata-rata
400	0.304	0.305	0.305
401	0.311	0.312	0.312
402	0.319	0.319	0.319
403	0.325	0.325	0.325
404	0.333	0.333	0.333
405	0.34	0.34	0.34
406	0.346	0.346	0.346
407	0.353	0.354	0.354
408	0.36	0.36	0.36
409	0.367	0.368	0.367
410	0.374	0.375	0.375
411	0.38	0.381	0.381
412	0.386	0.387	0.386
413	0.393	0.393	0.393
414	0.399	0.4	0.4
415	0.405	0.406	0.401
416	0.411	0.412	0.412
417	0.417	0.418	0.418
418	0.423	0.424	0.424
419	0.429	0.43	0.43

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

420	0.434	0.435	0.435
421	0.439	0.44	0.44
422	0.445	0.446	0.446
423	0.449	0.45	0.45
424	0.454	0.456	0.455
425	0.46	0.46	0.46
426	0.464	0.465	0.465
427	0.469	0.47	0.47
428	0.474	0.475	0.475
429	0.478	0.479	0.479
430	0.483	0.484	0.484
431	0.487	0.488	0.488
432	0.492	0.493	0.493
433	0.495	0.497	0.496
434	0.5	0.501	0.501
435	0.503	0.505	0.504
436	0.508	0.508	0.508
437	0.511	0.513	0.512
438	0.515	0.516	0.52
439	0.518	0.52	0.519
440	0.522	0.523	0.523
441	0.525	0.527	0.526
442	0.529	0.53	0.53
443	0.531	0.533	0.532
444	0.534	0.536	0.535
445	0.537	0.539	0.538
446	0.541	0.542	0.542
447	0.544	0.545	0.545
448	0.547	0.548	0.548

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

449	0.55	0.551	0.551
450	0.553	0.554	0.554
451	0.556	0.558	0.557
452	0.56	0.562	0.561
453	0.564	0.565	0.565
454	0.568	0.569	0.57
455	0.571	0.574	0.573
456	0.577	0.579	0.578
457	0.581	0.583	0.582
458	0.586	0.588	0.587
459	0.591	0.593	0.592
460	0.596	0.598	0.597
461	0.601	0.603	0.602
462	0.607	0.609	0.608
463	0.612	0.614	0.613
464	0.618	0.621	0.62
465	0.624	0.626	0.625
466	0.629	0.632	0.631
467	0.636	0.638	0.637
468	0.641	0.643	0.642
469	0.645	0.648	0.65
470	0.651	0.654	0.653
471	0.655	0.658	0.657
472	0.66	0.663	0.662
473	0.664	0.667	0.666
474	0.669	0.671	0.67
475	0.672	0.674	0.673
476	0.675	0.678	0.678
477	0.678	0.681	0.68

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

478	0.68	0.683	0.682
479	0.682	0.685	0.684
480	0.684	0.687	0.686
481	0.686	0.689	0.689
482	0.687	0.69	0.688
483	0.689	0.692	0.691
484	0.69	0.693	0.692
485	0.691	0.694	0.693
486	0.692	0.695	0.694
487	0.694	0.697	0.696
488	0.695	0.698	0.697
489	0.696	0.7	0.698
490	0.698	0.701	0.7
491	0.7	0.703	0.702
492	0.702	0.705	0.703
493	0.703	0.707	0.705
494	0.705	0.708	0.707
495	0.708	0.711	0.71
496	0.71	0.713	0.712
497	0.713	0.716	0.715
498	0.716	0.719	0.72
499	0.718	0.722	0.72
500	0.721	0.724	0.723
501	0.724	0.727	0.73
502	0.727	0.73	0.73
503	0.73	0.733	0.732
504	0.733	0.736	0.735
505	0.736	0.738	0.737
506	0.739	0.741	0.74

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

507	0.741	0.743	0.742
508	0.742	0.745	0.744
509	0.743	0.746	0.745
510	0.744	0.747	0.746
511	0.744	0.746	0.745
512	0.743	0.745	0.744
513	0.741	0.743	0.742
514	0.738	0.741	0.74
515	0.734	0.736	0.735
516	0.729	0.732	0.731
517	0.724	0.726	0.725
518	0.717	0.719	0.718
519	0.709	0.71	0.71
520	0.701	0.703	0.702
521	0.692	0.694	0.693
522	0.68	0.682	0.681
523	0.669	0.67	0.67
524	0.655	0.659	0.657
525	0.643	0.645	0.644
526	0.63	0.632	0.631
527	0.615	0.616	0.62
528	0.6	0.602	0.601
529	0.585	0.586	0.585
530	0.57	0.572	0.571
531	0.556	0.557	0.557
532	0.536	0.538	0.537
533	0.517	0.518	0.52
534	0.501	0.502	0.502
535	0.485	0.486	0.487

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

536	0.465	0.466	0.466
537	0.447	0.448	0.45
538	0.432	0.433	0.433
539	0.413	0.414	0.414
540	0.393	0.395	0.394
541	0.374	0.375	0.375
542	0.359	0.36	0.36
543	0.344	0.345	0.345
544	0.327	0.328	0.33
545	0.312	0.314	0.313
546	0.296	0.298	0.297
547	0.279	0.282	0.281
548	0.268	0.27	0.269
549	0.256	0.257	0.257
550	0.241	0.242	0.242
551	0.228	0.23	0.229
552	0.216	0.217	0.22
553	0.204	0.206	0.205
554	0.195	0.195	0.195
555	0.184	0.185	0.185
556	0.175	0.176	0.18
557	0.167	0.168	0.17
558	0.156	0.158	0.157
559	0.149	0.151	0.15
560	0.143	0.144	0.144
561	0.135	0.136	0.14
562	0.129	0.13	0.13
563	0.122	0.125	0.124
564	0.116	0.117	0.12

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

565	0.11	0.114	0.112
566	0.106	0.108	0.107
567	0.102	0.102	0.102
568	0.097	0.097	0.097
569	0.093	0.093	0.093
570	0.088	0.089	0.088
571	0.085	0.085	0.085
572	0.08	0.081	0.081
573	0.077	0.078	0.078
574	0.074	0.075	0.075
575	0.07	0.071	0.071
576	0.067	0.069	0.068
577	0.065	0.066	0.07
578	0.061	0.063	0.062
579	0.06	0.061	0.061
580	0.057	0.058	0.06
581	0.054	0.055	0.055
582	0.053	0.054	0.054
583	0.049	0.051	0.05
584	0.049	0.049	0.049
585	0.047	0.048	0.048
586	0.044	0.046	0.045
587	0.043	0.044	0.044
588	0.041	0.043	0.042
589	0.04	0.04	0.04
590	0.039	0.04	0.04
591	0.037	0.037	0.037
592	0.035	0.036	0.036
593	0.034	0.035	0.035

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

594	0.032	0.033	0.033
595	0.029	0.033	0.031
596	0.03	0.031	0.031
597	0.028	0.03	0.029
598	0.028	0.029	0.028
599	0.027	0.029	0.028
600	0.026	0.027	0.027

D. 3 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)

Berikut merupakan hasil dari penelitian yang telah dilakukan. Sehingga diperoleh data sebagai berikut :

Table D.3 Data Penentuan Panjang gelombang maksimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)

panjang gelombang	A1	A2	rata-rata
400	0.139	0.139	0.139
401	0.14	0.14	0.14
402	0.14	0.14	0.14
403	0.141	0.141	0.141
404	0.141	0.142	0.142
405	0.142	0.142	0.142
406	0.142	0.143	0.143
407	0.144	0.144	0.144
408	0.144	0.144	0.144
409	0.145	0.146	0.145
410	0.146	0.146	0.146
411	0.147	0.147	0.147
412	0.148	0.149	0.149
413	0.149	0.149	0.149
414	0.149	0.149	0.149
415	0.15	0.15	0.15
416	0.15	0.151	0.151
417	0.151	0.152	0.152
418	0.152	0.152	0.152
419	0.153	0.153	0.153

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi natrium oksalat

420	0.153	0.154	0.154
421	0.154	0.155	0.155
422	0.155	0.155	0.155
423	0.156	0.156	0.156
424	0.156	0.157	0.157
425	0.156	0.157	0.157
426	0.157	0.158	0.158
427	0.157	0.158	0.158
428	0.158	0.159	0.159
429	0.158	0.159	0.159
430	0.159	0.16	0.16
431	0.16	0.16	0.16
432	0.16	0.161	0.161
433	0.16	0.161	0.161
434	0.161	0.162	0.162
435	0.161	0.162	0.162
436	0.162	0.162	0.162
437	0.162	0.163	0.163
438	0.163	0.163	0.163
439	0.163	0.164	0.164
440	0.163	0.164	0.164
441	0.164	0.164	0.164
442	0.164	0.165	0.165
443	0.165	0.165	0.165
444	0.165	0.165	0.165
445	0.165	0.165	0.165
446	0.166	0.166	0.166
447	0.166	0.166	0.166
448	0.167	0.166	0.166

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi natrium oksalat

449	0.167	0.167	0.167
450	0.167	0.167	0.167
451	0.168	0.168	0.168
452	0.169	0.168	0.169
453	0.169	0.169	0.169
454	0.17	0.17	0.17
455	0.171	0.17	0.171
456	0.172	0.171	0.172
457	0.173	0.172	0.173
458	0.174	0.173	0.174
459	0.175	0.174	0.175
460	0.176	0.176	0.176
461	0.177	0.177	0.177
462	0.178	0.178	0.178
463	0.18	0.179	0.18
464	0.181	0.181	0.181
465	0.182	0.182	0.182
466	0.184	0.183	0.184
467	0.186	0.185	0.184
468	0.186	0.186	0.186
469	0.188	0.187	0.188
470	0.189	0.189	0.189
471	0.191	0.19	0.191
472	0.191	0.191	0.191
473	0.192	0.192	0.192
474	0.193	0.193	0.193
475	0.194	0.194	0.194
476	0.195	0.195	0.195
477	0.196	0.195	0.196

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi natrium oksalat

478	0.196	0.196	0.196
479	0.196	0.196	0.196
480	0.197	0.196	0.197
481	0.197	0.197	0.197
482	0.198	0.197	0.199
483	0.198	0.197	0.199
484	0.198	0.197	0.199
485	0.198	0.198	0.198
486	0.198	0.198	0.198
487	0.199	0.199	0.199
488	0.199	0.199	0.199
489	0.199	0.199	0.199
490	0.2	0.199	0.2
491	0.2	0.199	0.2
492	0.201	0.2	0.201
493	0.201	0.201	0.201
494	0.201	0.201	0.201
495	0.202	0.202	0.202
496	0.203	0.203	0.203
497	0.203	0.204	0.204
498	0.204	0.204	0.204
499	0.204	0.205	0.204
500	0.205	0.206	0.206
501	0.206	0.207	0.207
502	0.207	0.208	0.208
503	0.208	0.208	0.208
504	0.209	0.209	0.209
505	0.208	0.209	0.209
506	0.21	0.211	0.211

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi natrium oksalat

507	0.211	0.211	0.211
508	0.211	0.212	0.212
509	0.212	0.212	0.212
510	0.211	0.212	0.212
511	0.211	0.212	0.212
512	0.212	0.212	0.212
513	0.21	0.211	0.211
514	0.21	0.21	0.21
515	0.209	0.21	0.21
516	0.207	0.208	0.208
517	0.206	0.206	0.206
518	0.205	0.205	0.205
519	0.202	0.202	0.202
520	0.2	0.199	0.2
521	0.197	0.198	0.2
522	0.195	0.194	0.195
523	0.191	0.191	0.191
524	0.188	0.188	0.188
525	0.184	0.184	0.184
526	0.18	0.18	0.18
527	0.176	0.176	0.176
528	0.172	0.172	0.172
529	0.167	0.167	0.167
530	0.164	0.164	0.164
531	0.159	0.159	0.159
532	0.154	0.154	0.154
533	0.149	0.148	0.149
534	0.144	0.144	0.144
535	0.14	0.14	0.14

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi natrium oksalat

536	0.134	0.139	0.137
537	0.129	0.129	0.129
538	0.125	0.124	0.125
539	0.119	0.12	0.12
540	0.114	0.114	0.114
541	0.109	0.108	0.109
542	0.104	0.104	0.104
543	0.1	0.1	0.1
544	0.095	0.095	0.095
545	0.091	0.091	0.091
546	0.087	0.087	0.087
547	0.082	0.082	0.082
548	0.079	0.078	0.08
549	0.074	0.075	0.075
550	0.071	0.07	0.071
551	0.067	0.068	0.07
552	0.063	0.064	0.064
553	0.061	0.06	0.061
554	0.058	0.057	0.058
555	0.055	0.055	0.055
556	0.052	0.053	0.053
557	0.05	0.05	0.05
558	0.047	0.047	0.05
559	0.045	0.044	0.045
560	0.043	0.043	0.043
561	0.04	0.04	0.04
562	0.039	0.038	0.04
563	0.038	0.038	0.04
564	0.037	0.036	0.037

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi natrium oksalat

565	0.034	0.034	0.034
566	0.033	0.033	0.033
567	0.032	0.031	0.032
568	0.031	0.03	0.031
569	0.029	0.029	0.03
570	0.028	0.028	0.028
571	0.027	0.027	0.027
572	0.025	0.025	0.025
573	0.025	0.025	0.025
574	0.024	0.024	0.024
575	0.023	0.023	0.023
576	0.022	0.022	0.022
577	0.022	0.021	0.022
578	0.021	0.021	0.021
579	0.02	0.02	0.02
580	0.02	0.02	0.02
581	0.018	0.018	0.018
582	0.019	0.019	0.019
583	0.018	0.016	0.016
584	0.017	0.017	0.017
585	0.017	0.016	0.016
586	0.015	0.015	0.015
587	0.015	0.015	0.015
588	0.014	0.014	0.014
589	0.014	0.013	0.013
590	0.013	0.013	0.013
591	0.013	0.013	0.013
592	0.014	0.012	0.013
593	0.013	0.014	0.014

Data penentuan panjang gelombang maksimum Fe(II)-
Fenantrolin dengan pereduksi natrium oksalat

594	0.011	0.011	0.011
595	0.012	0.012	0.012
596	0.011	0.012	0.012
597	0.01	0.01	0.01
598	0.011	0.01	0.01
599	0.011	0.009	0.01
600	0.01	0.01	0.01

LAMPIRAN E DATA STATISTIKA

E. 1 Penentuan pH Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi

Berikut merupakan hasil dari penelitian yang telah dilakukan, sehingga diperoleh data sebagai berikut

Tabel E.1 Data Penentuan pH Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

N	pH	absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	4	0.261	0	0	0
2		0.261			
1	4.5	0.305	0.000707	0.2311	2.3110
2		0.306			
1	5	0.257	0	0	0
2		0.257			
1	5.5	0.224	0	0	0
2		0.224			
1	6	0.151	0.000707	0.4652	4.6520
2		0.152			

Dimana,

SD = Standar Deviasi

CV = *Coefficient of Variation* (%)

RSD = *Relative Standard Deviation* (ppt)

E. 2 Penentuan pH Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$)

Berikut merupakan hasil dari penelitian yang telah dilakukan, sehingga diperoleh data sebagai berikut

Tabel E.2 Data Penentuan pH Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$)

N	pH	absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3	0.591	0	0	0
2		0.591			
1	3.5	0.619	0	0	0
2		0.619			
1	4	0.620	0	0	0
2		0.620			
1	4.5	0.632	0	0	0
2		0.632			
1	5	0.572	0	0	0
2		0.572			

E. 3 Penentuan pH Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)

Berikut merupakan hasil dari penelitian yang telah dilakukan, sehingga diperoleh data sebagai berikut

Tabel E.3 Data Penentuan pH Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)

N	pH	Absorbansi	SD	CV (%)		RSD (ppt)
1	4	0.225	0.001414	0.6257		6.2575
2		0.226				
1	4.5	0.242	0.000707	0.2910		2.9100
2		0.243				
1	5	0.267	0.000707	0.2638		2.6384
2		0.268				
1	5.5	0.129	0	0		0
2		0.129				
1	6	0.065	0.001414	2.2100		22.1000
2		0.063				

E. 4 Penentuan Waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Berikut merupakan hasil dari penelitian yang telah dilakukan, sehingga diperoleh data sebagai berikut.

Tabel E.4 Data Penentuan waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

N	Waktu (menit)	absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0.217	0	0	0
2		0.217			
1	5	0.234	0	0	0
2		0.234			
1	10	0.240	0	0	0
2		0.240			
1	15	0.281	0	0	0
2		0.281			
1	20	0.278	0	0	0
2		0.278			
1	25	0.230	0	0	0
2		0.230			
1	30	0.227	0	0	0
2		0.227			

E. 5 Penentuan Waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

Berikut merupakan hasil dari penelitian yang telah dilakukan, sehingga diperoleh data sebagai berikut.

Tabel E.5 Data Penentuan waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamim Hidroklorida

N	Waktu (menit)	absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0.566	0	0	0
2		0.566			
1	15	0.799	0.000707	0.0884	0.8849
2		0.798			
1	30	0.680	0	0	0
2		0.680			
1	45	0.626	0.000707	0.1122	1.1223
2		0.625			
1	60	0.572	0	0	0
2		0.572			

E. 6 Penentuan waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)

Berikut merupakan hasil dari penelitian yang telah dilakukan, sehingga diperoleh data sebagai berikut.

Tabel E.6 Data Penentuan waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)

N	Waktu (menit)	absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0.138	0	0	0
2		0.138			
1	15	0.158	0.000707	0.4447	4.4472
2		0.159			
1	30	0.177	0.000707	0.3972	3.9725
2		0.178			
1	45	0.215	0.000707	0.3273	3.2736
2		0.216			
1	60	0.116	0.001414	1.2087	12.0873
2		0.118			

E. 7 Penentuan Waktu Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Tabel E.7 Data Penentuan konsentrasi Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

N	konsentrasi (ppm)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	5	0.243	0	0	0
2		0.243			
1	7	0.254	0	0	0
2		0.254			
1	9	0.289	0.000707	0.2590	2.5901
2		0.290			
1	11	0.380	0	0	0
2		0.380			
1	13	0.284	0.000707	0.2590	2.5901
2		0.284			

E. 8 Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

Berikut merupakan hasil dari penelitian yang telah dilakukan, sehingga diperoleh data sebagai berikut

Tabel E.8 Data Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

N	Konsentrasi (ppm)	absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	7	0.599	0.000707	0.1178	1.1785
2		0.600			
1	8	0.693	0	0	0
2		0.693			
1	9	0.806	0	0	0
2		0.806			
1	10	0.826	0	0	0
2		0.826			
1	11	0.847	0	0	0
2		0.847			
1	12	0.812	0	0	0
2		0.812			

E. 9 Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)

Berikut merupakan hasil dari penelitian yang telah dilakukan, sehingga diperoleh data sebagai berikut

Tabel E.9 Data Penentuan Konsentrasi Optimum Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Oksalat ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)

N	Konsentrasi (ppm)	absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	10	0.176	0.000707	0.3994	3.9945
2		0.177			
1	11	0.192	0	0	0
2		0.192			
1	12	0.208	0.001414	0.6766	6.7665
2		0.210			
1	13	0.191	0.000707	0.3683	3.6835
2		0.192			
1	14	0.164	0.000707	0.4311	4.3116
2		0.163			

LAMPIRAN F

DATA KURVA KALIBRASI

F. 1 Perbandingan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi

Koefisien korelasi (r) digunakan untuk seberapa baik kumpulan titik penelitian yang sesuai dengan garis lurus. Nilai r dapat dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$r = \frac{\Sigma(x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x - \bar{x})^2 \Sigma(y - \bar{y})^2}}$$

Keterangan :

r merupakan koefisien korelasi

y merupakan absorbansi

\bar{x} merupakan rata-rata konsentrasi besi (III)

\bar{y} merupakan rata-rata absorbansi

F.1. 1 Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Tiosulfat.

Tabel F.1 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Tiosulfat.

X	Y	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$	$(x - \bar{x})(y - \bar{y})$
1,000	0,061	4	0,03504384	0,3744
2,000	0.160	1	0,00777924	0,0882
3,000	0,230	0	0,00033124	0
4,000	0,346	1	0,00956484	0,0978
5,000	0,444	4	0,03833764	0,3916
$\bar{x} = 3$	$\bar{y}=0,2482$	$\Sigma = 10$	$\Sigma= 0,0910568$	$\Sigma= 0,952$

$$r = \frac{\Sigma(x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x - \bar{x})^2 \Sigma(y - \bar{y})^2}}$$

$$r = \frac{0,952}{\sqrt{(10)(0,0910568)}}$$

$$r = \frac{0,952}{\sqrt{0,910568}}$$

$$r = \frac{0,952}{0,954236}$$

$$r = 0,99765$$

$$r^2 = 0,9953$$

F.1. 2 Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

Tabel F.2 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

X	Y	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$	$(x - \bar{x})(y - \bar{y})$
1,000	0,168	4	0,0511664	0,4524
2,000	0,298	1	0,0092544	0,0962
3,000	0,401	0	0,00004624	0
4,000	0,507	1	0,01272384	0,1128
5,000	0,597	4	0,04112784	0,4056
$\bar{x} = 3$	$\bar{y}=0,3942$	$\Sigma =10$	$\Sigma= 0,1143188$	$\Sigma= 1,067$

$$r = \frac{\Sigma(x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x - \bar{x})^2 \Sigma(y - \bar{y})^2}}$$

$$r = \frac{1,067}{\sqrt{(10)(0,1143188)}}$$

$$r = \frac{1,067}{\sqrt{1,143188}}$$

$$r = \frac{1,067}{1,06919}$$

$$r = 0,99795$$

$$r^2 = 0,9959$$

F.1. 3 Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Oksalat

Tabel F.3 Data Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan Pereduksi Natrium Oksalat

X	Y	$(x - \bar{x})^2$	$(y - \bar{y})^2$	$(x - \bar{x})(y - \bar{y})$
1,000	0,078	4	0,006561	0,162
2,000	0,124	1	0,001225	0,035
3,000	0,160	0	0,000001	0
4,000	0,201	1	0,001764	0,042
5,000	0,232	4	0,005329	0,146
$\bar{x} = 3$	$\bar{y}=0,159$	$\Sigma =10$	$\Sigma= 0,01488$	$\Sigma= 0,385$

$$r = \frac{\Sigma(x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x - \bar{x})^2 \Sigma(y - \bar{y})^2}}$$

$$r = \frac{0,385}{\sqrt{(10)(0,01488)}}$$

$$r = \frac{0,385}{\sqrt{0,1488}}$$

$$r = \frac{0,385}{0,38575}$$

$$r = 0,99805$$

$$r^2 = 0,9961$$

F. 2 Perhitungan Uji-t terhadap kurva kalibrasi

Uji-t digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya hubungan korelasi dengan persamaan yang ada. Berikut rumus untuk uji-t.

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

Dimana :

H_0 = tidak ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi ,
apabila nilai $t_{hitung} > t_{tabel}$

H_1 = ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi , apabila
nilai $t_{hitung} < t_{tabel}$

F.2. 1 Perhitungan Uji-t terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Pada kurva kalibrasi kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dimana diketahui bahwa nilai $r = 0,99765$ dan nilai $r^2 = 0,9953$, maka nilai t_{hitung} ditunjukkan pada perhitungan dibawah ini

$$\begin{aligned} t &= |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}} \\ t &= |0,99765| \frac{\sqrt{(5-2)}}{\sqrt{(1-0,9953)}} \\ t &= |0,99765| \frac{\sqrt{3}}{\sqrt{0,0047}} \\ t &= |0,99765| \quad 25,3 \\ t &= 25,24 \end{aligned}$$

dengan nilai derajat kebebasan yakni $n-2 = (5-2) = 3$
 nilai t_{hitung} yang diperoleh sebesar 25,24 kemudian dibandingkan
 dengan nilai t_{tabel} dari nilai kritik sebaran t yaitu 3,18 untuk derajat
 kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95 %. Sehingga nilai t_{hitung}
 lebih besar dibandingkan t_{tabel} , maka H_0 ditolak dan dikatakan
 bahwa terdapat korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi.

F.2. 2 Perhitungan Uji-t terhadap kurva kalibrasi Fe(II)- Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

Pada kurva kalibrasi kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan
 pereduksi hidroksilamin hidroklorida dimana diketahui bahwa nilai
 $r = 0,99795$ dan nilai $r^2 = 0,9959$, maka nilai t_{hitung} ditunjukkan
 pada perhitungan dibawah ini

$$\begin{aligned}
 t &= |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}} \\
 t &= |0,99795| \frac{\sqrt{(5-2)}}{\sqrt{(1-0,9959)}} \\
 t &= |0,99795| \frac{\sqrt{3}}{\sqrt{0,0041}} \\
 t &= |0,99795| \ 27,10 \\
 t &= 27,10
 \end{aligned}$$

dengan nilai derajat kebebasan yakni $n-2 = (5-2) = 3$
 nilai t_{hitung} yang diperoleh sebesar 27,10 kemudian dibandingkan
 dengan nilai t_{tabel} dari nilai kritik sebaran t yaitu 3,18 untuk derajat
 kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95 %. Sehingga nilai t_{hitung}
 lebih besar dibandingkan t_{tabel} , maka H_0 ditolak dan dikatakan
 bahwa terdapat korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi.

F.2. 3 Perhitungan Uji-t terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Oksalat

Pada kurva kalibrasi kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi natrium oksalat dimana diketahui bahwa nilai $r = 0,99805$ dan nilai $r^2 = 0,9961$, maka nilai t_{hitung} ditunjukkan pada perhitungan dibawah ini

$$\begin{aligned}t &= |r| \frac{\sqrt{(n-2)}}{\sqrt{(1-r^2)}} \\t &= |0,99805| \frac{\sqrt{(5-2)}}{\sqrt{(1-0,9961)}} \\t &= |0,99805| \frac{\sqrt{3}}{\sqrt{0,0039}} \\t &= |0,99805| \cdot 27,74 \\t &= 27,68\end{aligned}$$

dengan nilai derajat kebebasan yakni $n-2 = (5-2) = 3$ nilai t_{hitung} yang diperoleh sebesar 27,68 kemudian dibandingkan dengan nilai t_{tabel} dari nilai kritik sebaran t yaitu 3,18 untuk derajat kebebasan 3 dengan selang kepercayaan 95 %. Sehingga nilai t_{hitung} lebih besar dibandingkan t_{tabel} , maka H_0 ditolak dan dikatakan bahwa terdapat korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi.

F. 3 Perhitungan Persen *Perolehan Kembali*

Persen *perolehan kembali* merupakan ukuran hasil ketepatan hasil penentuan metode analisis dengan harga yang sebenarnya. Persen *perolehan kembali* dapat dihitung dengan menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$\% \text{ Perolehan Kembali} = \frac{\text{konsentrasi Fe(II)terukur}}{\text{konsentrasi Fe(II)awal}} \times 100 \%$$

F.3. 1 Perhitungan persen *perolehan kembali* terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat

Berikut merupakan tabel perhitungan persen *Perolehan Kembali* terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi natrium tiosulfat dengan persamaan garis yang diperoleh yakni $y = 0,0952x - 0,0374$.

Tabel F.3 Data perhitungan persen *Perolehan Kembali* terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Tiosulfat

variasi konsentrasi pereduksi	[Fe] awal Ppm	Abs	a	B	[Fe] terukur ppm	% Perolehan Kembali
5	5	0.243	0.0952	0.0374	2.945378	58.90756303
7	5	0.254	0.0952	0.0374	3.060924	61.21848739
9	5	0.29	0.0952	0.0374	3.439076	68.78151261
11	5	0.38	0.0952	0.0374	4.384454	87.68907563
13	5	0.284	0.0952	0.0374	3.37605	67.5210084

F.3. 2 Perhitungan persen *perolehan kembali* terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida

Berikut merupakan tabel perhitungan persen *perolehan kembali* terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida dengan persamaan garis yang diperoleh yakni $y = 0,1067x + 0,0741$

Tabel F.4 Data perhitungan persen *perolehan kembali* terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi hidroksilamin hidroklorida

variasi konsentrasi	[Fe] awal ppm	Abs	A	b	[Fe] terukur ppm	% Perolehan Kembali
5	5	0.599	0.1067	0.0741	4.3570759	87.14151828
6	5	0.599	0.1067	0.0741	4.5632615	91.26522962
7	5	0.599	0.1067	0.0741	4.9194002	98.38800375
8	5	0.693	0.1067	0.0741	5.8003749	116.0074977
9	5	0.806	0.1067	0.0741	6.8594189	137.1883786
10	5	0.826	0.1067	0.0741	7.0468604	140.9372071
11	5	0.847	0.1067	0.0741	7.2436739	144.873477
12	5	0.812	0.1067	0.0741	6.9156514	138.3130272

F.3. 3 Perhitungan persen *perolehan kembali* terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Oksalat

Berikut merupakan tabel perhitungan persen *Perolehan Kembali* terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi Natrium Oksalat dengan persamaan garis yang diperoleh yakni $y = 0,0385x + 0,0435$

Tabel F.5 Data perhitungan persen *perolehan kembali* terhadap kurva kalibrasi Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi natrium oksalat

variasi konsentrasi	[Fe] awal Ppm	Abs	A	b	[Fe] akhir Ppm	%Perolehan Kembali
10	5	0.177	0.0385	0.0435	3.467532468	69.3506494
11	5	0.192	0.0385	0.0435	3.857142857	77.1428571
12	5	0.209	0.0385	0.0435	4.298701299	85.974026
13	5	0.192	0.0385	0.0435	3.857142857	77.1428571
14	5	0.164	0.0385	0.0435	3.12987013	62.5974026

LAMPIRAN G
TABEL NILAI KRITIK SEBARAN T

Nilai t untuk Selang kepercayaan pada nilai kritik t untuk nilai P	90% 0,1	95% 0,05	98% 0,02	99% 0,01
Nilai derajat kebebasan				
1	6,31	12,71	31,82	63,66
2	2,92	4,30	6,96	9,92
3	2,35	3,18	4,54	5,84
4	2,13	2,78	3,75	4,60
5	2,02	2,57	3,36	4,03
6	1,94	2,45	3,14	3,71
7	1,89	2,36	3,00	3,50
8	1,86	2,31	2,90	3,36
9	1,83	2,26	2,82	3,25
10	1,81	2,23	2,76	3,17
12	1,78	2,18	2,68	3,05
14	1,76	2,14	2,62	2,98
16	1,75	2,12	2,58	2,92
18	1,73	2,10	2,55	2,88
20	1,72	2,09	2,53	2,85
30	1,70	2,04	2,46	2,75
50	1,68	2,01	2,40	2,68
∞	1,64	1,96	2,33	2,58

(Miller & Miller, 2010)

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Ngawi, 04 Desember 1995 yang merupakan anak kedua dari tiga bersaudara. Penulis telah menepuh pendidikan formal yaitu di TK An-Noor (1998-2002), SDN Karangasri 1 (2002-2008), SMPN 2 Ngawi (2008-2011) dan SMAN 2 Ngawi (2011-2014). Penulis melanjutkan jenjang S1 di Departemen Kimia Fakultas Ilmu Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember melalui jalur SNMPTN dan terdaftar dengan Nomor Registrasi Pokok (NRP) 01211440000009. Pada tahun kedua penulis pernah menjadi staff Himpunan Departemen Kimia dan pada tahun ketiga penulis pernah menjadi Kabinet Himpunan Departemen Kimia. Penulis pernah menjalani kerja praktik di PPSPDM Migas Cepu, Jawa Tengah. Selama kerja praktik, penulis ditempatkan di Laboratorium Kimia Dasar. Penulis menyelesaikan program sarjana dengan mengambil tugas akhir di bidang Instrumentasi dan Metode Analisis dibawah bimbingan R.Djarot Sugiarto K.S., M.S dan Yatim Lailun Ni'mah, M.Si., Ph.D. Penulis dapat dihubungi melalui dewiratnawati1995@gmail.com